

**UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID**

FACULTAD DE CC. QUÍMICAS  
Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería  
Metalúrgica



**DESARROLLO DE COMPONENTES DE BASE  
ALUMINIO REFORZADOS CON FIBRA CORTA DE  
GRAFITO**

**MEMORIA PRESENTADA PARA OPTAR AL GRADO DE  
DOCTOR POR Javier Coletto Fiaño**

Bajo la dirección del Doctor:  
Antonio Madroñero de la Cal

**Madrid, 2001**

**ISBN: 84-669-1818-3**



UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID

**FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS**

Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica

**DESARROLLO DE COMPOSITES DE BASE  
ALUMINIO REFORZADOS CON FIBRA  
CORTA DE GRAFITO**

TESIS DOCTORAL

**JAVIER COLETO FIAÑO**

- MADRID, 2001 -

**FUNDACIÓN INASMET**  
Centro Tecnológico de Materiales

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID

**FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS**

Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica

**DESARROLLO DE COMPOSITES DE BASE  
ALUMINIO REFORZADOS CON FIBRA  
CORTA DE GRAFITO**

Memoria de la Tesis Doctoral presentada por

**JAVIER COLETO FIAÑO**

para aspirar al grado de Doctor en Ciencias Químicas.

Tesis dirigida por

Dr. ANTONIO MADROÑERO DE LA CAL

Investigador Científico del C.S.I.C

Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas (CENIM)

Tutor

Dr. José María Gómez de Salazar y Caso de los Cobos

- MADRID, 2001 -

El presente trabajo ha sido realizado en el Área de Metales no Férreos y Composites de Matriz Metálica, Departamento de Materiales y Procesos, de la Fundación INASMET, bajo la dirección del Doctor Antonio Madroño de la Cal, Investigador Científico del CENIM (Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas), a quien quiero expresar mi profundo agradecimiento por la ayuda y dedicación recibida durante el largo período en el cual ha sido desarrollado.

Asimismo, quiero expresar mi agradecimiento al Tutor de la presente tesis, Profesor José María Gómez de Salazar y Caso de los Cobos (UCM) y al Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica de la Facultad de Ciencias Químicas por admitir la presentación del presente trabajo y permitirme aspirar al grado de Doctor.

De especial manera quiero agradecer a la Fundación INASMET la oportunidad que me ha brindado para iniciarme en el mundo de la investigación directamente aplicada en el ámbito industrial, y a Carlos Foruria, como Investigador responsable del trabajo llevado a cabo en INASMET, por su confianza en mi capacidad investigadora y por haberme iniciado en el difícil mundo de los materiales compuestos de matriz metálica.

Tampoco quiero pasar por alto la inestimable ayuda y ánimo que he recibido de mis compañeros del Departamento, y de las diferentes secciones de INASMET que de alguna manera han contribuido a hacer posible el presente trabajo, Metalografía, Taller Mecánico, Ensayos, Tecnología Química, etc... Gracias a Javi, Mariasun y Cristina, por el ánimo que he recibido de vosotros en todo momento.

También quiero agradecer al Ministerio de Educación y Ciencia por la concesión de la beca y al Gobierno Vasco, Departamento de Industria, Programa de colaboración Vasco-Aquitano, por la financiación concedida para el desarrollo de parte importante de la presente tesis.

Por último, pero de manera muy especial, quiero agradecer el apoyo y ánimo que en todo momento he recibido de Amaya, a la que he robado gran cantidad de tiempo para llevar a cabo el presente trabajo, y a mis padres y hermanos.



Los Materiales Compuestos de Matriz Metálica (CMM) son materiales constituidos por una aleación metálica a la que se incorpora unos o varios refuerzos cerámicos con el fin de mejorar las propiedades mecánicas para una determinada aplicación industrial. De esta manera se obtienen materiales con propiedades que combinan la ductilidad de la matriz metálica y la elevada resistencia mecánica y de desgaste de los materiales cerámicos, lo que permite alcanzar una excelente mejora de prestaciones en servicio para una gran cantidad de componentes industriales.

La fabricación de CMM puede realizarse por varias vías principales (fase líquida o fase sólida) y con diferentes refuerzos, entre los que destaca por su interés la fibra de carbono. No obstante, la viabilidad de su uso a escala industrial no solo depende de las propiedades alcanzadas en el material, sino que principalmente está limitada a que el coste sea realmente competitivo con los materiales que pretender sustituir. Por ello, la elección tanto del proceso de fabricación como del refuerzo a utilizar en los CMM van a ser primordiales en la obtención de un material competitivo tanto en propiedades como en costes.

Debido a lo anteriormente expuesto, y dado que el presente trabajo busca como finalidad una mayor aplicación real de los CMM en componentes industriales, la presente tesis se ha centrado en el desarrollo y fabricación de CMM de base aluminio mediante técnicas fácilmente trasladables a la realidad industrial, es decir, por vía líquida. Esto comprende tanto la adición de la fibra a la matriz líquida o semi-sólida mientras ésta se agita mecánicamente como el proceso de infiltración de preformas, también llamado “squeeze casting. Como refuerzo se ha escogido la fibra corta de carbono debido tanto a su interés tecnológico (elevadas propiedades mecánicas) como a la reducción de costes que actualmente se está produciendo gracias al desarrollo de nuevos métodos de fabricación de bajo precio (a partir de gases), lo que les hace realmente competitivos con otros refuerzos convencionales (partículas de SiC o Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>).

Sin embargo, la utilización de fibras cortas de carbono como refuerzo de aleaciones de aluminio presenta una serie de dificultades añadidas, como es la ausencia de mojabilidad y la gran reactividad con el aluminio en fase líquida, dando lugar a

composites de bajas propiedades mecánicas. A ello se han de añadir las dificultades existentes durante la adición de la fibra a la matriz en estado líquido debido a los problemas anteriormente mencionados y a la dificultad de manejo de un refuerzo con gran tendencia a su enmarañamiento.

La presente tesis ha conseguido no solo diseñar y poner a punto los procesos de fabricación de composites de aluminio reforzados con fibra corta de grafito, sino también ha conseguido superar en buena medida todos los problemas anteriormente mencionados. Para ello se ha hecho especial hincapié en el desarrollo tanto de sistemas de adición de fibra, como de fabricación de preformas para posteriormente ser infiltradas, y el desarrollo de un sistema de protección de la fibra contra la formación de productos de reacción indeseables en el proceso de fabricación, como es el revestimiento de la fibra con cobre mediante un proceso de deposición química.

Los principales parámetros de fabricación de ambos procesos fueron estudiados y optimizados para el caso de la presente investigación, de manera que se fabricaron piezas de composite que posteriormente se caracterizaron tanto metalográfica como mecánicamente y a desgaste. Especial hincapié se hizo en el estudio de la intercara mediante técnicas de microscopía electrónica (SEM y TEM) y óptica. Asimismo, los composites se caracterizaron a tracción en temperatura ambiente y alta temperatura. Por último, se realizaron ensayos de desgaste con el fin de conocer su potencialidad como material de uso en diferentes componentes que pudieran ser de interés en el campo de la automoción y que estuvieran sometidos a desgaste.

El potencial campo de utilización de los composites desarrollados no está restringido a un único mercado, aunque la mayor potencialidad de uso está en el campo de la automoción, donde el aligeramiento de peso de los vehículos, junto con la mejora de prestaciones de ciertos componentes sometidos a desgaste o que trabajan a altas temperaturas, ha sido, es y será de especial interés para los constructores automovilísticos en los próximos años.

## INDICE

### **CAPÍTULO 1: MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ METÁLICA. GENERALIDADES, ESTADO DEL ARTE Y TENDENCIAS FUTURAS.**

1.1	INTRODUCCIÓN .....	1
1.2	ESTADO ACTUAL Y FUTURO DE LOS CMM .....	5
1.3	APLICACIONES .....	9
1.3.1	Automoción.....	10
1.3.2	Aerospacial, aeronáutica y defensa.....	12
1.3.3	Otras aplicaciones .....	16
1.4	MÉTODOS DE FABRICACIÓN DE CMM.....	17
1.4.1	Procesos en Estado Sólido .....	19
1.4.1.1	Pulvimetalurgia.....	19
1.4.1.2	Unión por difusión.....	20
1.4.1.3	Otros .....	23
1.4.2	Procesos en Estado Líquido .....	24
1.4.2.1	Mezcla en Estado Líquido o Semi-Sólido .....	25
1.4.2.2	Infiltración de Preformas .....	27
1.4.2.3	Otros procesos .....	29
1.5	PRINCIPALES CARACTERÍSTICAS DE LOS CMM .....	31
1.5.1	Fenómenos en la Intercara .....	32
1.5.1.1	Reactividad .....	33
1.5.1.2	Mojabilidad.....	36
1.5.2	Propiedades Mecánicas.....	42
1.5.2.1	Rigidez.....	42
1.5.2.2	Comportamiento a Tracción .....	45
1.5.2.3	Fluencia.....	51
1.5.2.4	Ciclado Térmico .....	54
1.5.2.5	Fatiga .....	56
1.5.2.6	Tenacidad.....	60
1.5.2.7	Resistencia al Desgaste.....	62

1.5.3	Composites de Aluminio Reforzados con Carbono.....	64
1.5.3.1	Procesos de fabricación .....	65
1.5.3.2	Sistemas matriz-refuerzo .....	68
1.5.3.3	Intercara .....	69
1.5.3.4	Prestaciones de los composites Al/C .....	71
1.5.3.5	Aplicaciones .....	74
1.6	CONCRECIÓN DE LOS OBJETIVOS DEL PRESENTE ESTUDIO.....	74
1.7	REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS .....	77

## **CAPÍTULO 2: SISTEMA Y TECNOLOGÍA DE FABRICACIÓN ELEGIDOS. DISEÑO Y PUESTA A PUNTO DEL SISTEMA DE FABRICACIÓN.**

2.1	INTRODUCCIÓN .....	95
2.2	SISTEMA MATRIZ-REFUERZO ELEGIDO.....	96
2.2.1	Matriz.....	96
2.2.2	Fibra .....	100
2.3	ESTUDIO PRELIMINAR SOBRE EL MATERIAL MATRIZ .....	102
2.3.1	Composición Química y Fusión de la Aleación .....	103
2.3.2	Experimentación .....	106
2.3.2.1	Pruebas de Moldeo .....	107
2.3.2.2	Tratamientos Térmicos .....	110
2.3.2.3	Estudio Metalográfico .....	110
2.3.2.4	Ensayos de Tracción .....	115
2.3.3	Determinación del Intervalo Sólido-Líquido .....	116
2.3.4	Resumen de la elección del proceso para comienzo de la investigación.....	118
2.4	REFUERZO .....	119
2.4.1	Características Generales .....	119
2.4.2	Propiedades .....	122
2.5	COMPATIBILIDAD MATRIZ-REFUERZO. RECUBRIMIENTOS SOBRE FIBRAS DE CARBONO.....	123
2.5.1	Introducción .....	123
2.5.2	Fundamentos del Proceso de Deposición por Vía Química .....	125
2.5.2.1	Deposición de Cobre.....	126
2.5.2.2	Deposición de Níquel .....	127
2.5.3	Procedimiento Experimental.....	129
2.5.4	Resultados .....	132
2.5.4.1	Recubrimientos con Cobre .....	133
2.5.4.2	Recubrimientos con Níquel .....	136
2.5.4.3	Resumen de Resultados Parciales.....	139

2.6	DISEÑO Y FABRICACIÓN DEL EQUIPO PARA MEZCLA EN ESTADO LÍQUIDO/SEMI-SÓLIDO .....	141
2.6.1	Sistema de Calentamiento.....	145
2.6.2	Sistema de Agitación .....	149
2.6.3	Sistema de Alimentación del Refuerzo.....	152
2.6.4	Conformado .....	156
2.7	PUESTA A PUNTO DEL PROCESO DE FORJA LÍQUIDA .....	156
2.7.1	Diseño y Fabricación del Utillaje y Dispositivo de Forja Líquida .....	157
2.8	REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	162

**CAPITULO 3:      FABRICACIÓN Y TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN  
DEL MATERIAL COMPUESTO DE ALEACIÓN DE ALUMINIO AS7G06  
REFORZADO CON FIBRAS CORTAS DE CARBONO**

3.1	INTRODUCCIÓN .....	169
3.2	PROCESOS DE FABRICACIÓN .....	170
3.2.1	Mezcla en Estado Líquido/Semi-Sólido .....	170
3.2.1.1	Descripción del Procedimiento Operativo.....	172
3.2.1.2	Variables del Proceso .....	176
3.2.2	Fabricación mediante Infiltración por Presión.....	182
3.2.2.1	Fabricación de Preformas .....	182
3.2.2.2	Infiltración de Preformas .....	184
3.3	CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL Y MECANICA.....	188
3.3.1	Observaciones Microestructurales y Fractográficas.....	188
3.3.2	Ensayos de Tracción a Temperatura Ambiente y Alta Temperatura.....	189
3.3.3	Ensayos de Desgaste .....	190
3.4	REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS .....	192

## **CAPÍTULO 4:      RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

4.1	INTRODUCCIÓN .....	195
4.2	FABRICACIÓN POR MEZCLA EN ESTADO LÍQUIDO/SEMI-SÓLIDO ...	196
4.2.1	Adición de Fibra Corta de Longitud 6 mm .....	196
4.2.1.1	Características Generales de los Composites Fabricados .....	202
4.2.1.2	Ensayos de Tracción .....	208
4.2.1.3	Medida de la Rotura de Fibras durante el Proceso .....	215
4.2.1.4	Conclusiones sobre los Resultados Obtenidos .....	218
4.2.2	Adición de Fibra Corta de Longitud Inferior a 0.5 mm .....	220
4.2.2.1	Microestructura y Reactividad .....	220
4.2.2.2	Ensayos de Tracción .....	231
4.2.2.3	Influencia de los Parámetros de Proceso .....	243
4.2.2.4	Conclusiones sobre los Resultados Obtenidos .....	249
4.3	FABRICACIÓN POR INFILTRACIÓN BAJO PRESIÓN DE PREFORMAS	251
4.3.1	Características Generales de los Composites Fabricados .....	252
4.3.2	Ensayos de Tracción .....	267
4.3.3	Comportamiento al Desgaste .....	283
4.3.4	Conclusiones sobre los Resultados Obtenidos .....	302
4.4	REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	305



**CAPITULO 5:      CONCLUSIONES GENERALES**

5.1	CONCLUSIONES GENERALES.....	311
-----	-----------------------------	-----

# ***CAPITULO 1***

**Materiales Compuestos de Matriz  
Metálica. Generalidades, Estado del  
Arte y Tendencias Futuras**

## 1.1.- INTRODUCCIÓN

Los materiales compuestos o composites de matriz metálica (CMM) son una relativamente nueva y emergente clase de materiales formados por la combinación de dos o más constituyentes, esto es, una matriz metálica a la cual se añaden uno o más elementos “reforzantes” que, en general, son fibras o partículas cerámicas. Los CMM combinan las propiedades de los elementos que los forman, de manera que el material final presenta las principales ventajas de sus constituyentes, mientras que sus aspectos más negativos se compensan. Así, mientras que el refuerzo cerámico aporta principalmente la rigidez y resistencia mecánica, la matriz aporta el carácter dúctil-tenaz y, sobre todo, la buena transmisión de esfuerzos hacia el elemento reforzante.

El concepto mismo de material compuesto, como combinación de varios materiales, permite abrir un inmenso campo de nuevos materiales con propiedades “a medida”. Esto significa que, a partir de unas necesidades determinadas de un componente en servicio, se puede hacer un diseño previo que las satisfaga mediante una adecuada elección del material de matriz, tipo o tipos de refuerzo, porcentaje y direccionalidad, así como proceso de fabricación. Desgraciadamente, esta situación ideal se ve a menudo limitada por problemas de incompatibilidad matriz-refuerzo tales como reactividad, ausencia de mojabilidad, diferencia de densidades, mala transmisión de esfuerzos, o, más comúnmente, por la carestía tanto del proceso de fabricación como de los elementos constituyentes del composite. Es por ello que estos materiales, a pesar de su prometedor futuro, no se han incorporado masivamente a la industria como en un principio se preveía, sino que antes deben atravesar un largo camino de labor investigadora y de desarrollo, en el cual no sólo se superen los inconvenientes técnicos, sino que también, y más importante, sean asequibles, desde un punto de vista tecnológico y económico, que les permita competir ventajosamente con los materiales convencionales.

Los composites de matriz metálica comenzaron su desarrollo hacia mediados de la década de los sesenta en Estados Unidos como complemento a programas de desarrollo de nuevos materiales para la, por entonces, naciente industria espacial. Sin embargo, fue

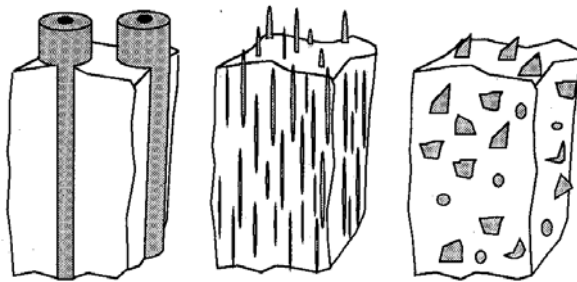
un primer intento que rápidamente se detendría por el escaso desarrollo que por entonces habían experimentado las fibras. El segundo resurgir de estos materiales fue a mediados de los años setenta, de nuevo en Estados Unidos, como consecuencia de varios programas de investigación espacial y de defensa. No obstante, varios países europeos, principalmente Francia, Alemania y Reino Unido, empezaron a trabajar en esta misma línea a través de varios programas de investigación básicos. Pero fue en Japón, principalmente, donde se dió un importante salto cualitativo con la introducción de estos materiales en aplicaciones no espaciales o de defensa, principalmente con el fin de reducir el peso de componentes de automoción y, por tanto, de disminuir consumo de combustible y emisión de gases contaminantes a la atmósfera. Así, constituye un hito importante en la historia de los CMM su introducción por primera vez, en 1982, como componente a escala industrial en un pistón de motor diésel de un automóvil de la marca japonesa Toyota. Para ello se hubieron de reducir en gran medida todos los costes derivados de las carísimas tecnologías de fabricación que hasta entonces se habían utilizado para la fabricación de dichos materiales para la industria aeronáutica, así como de los materiales constituyentes, introduciendo así los procesos de mezcla en estado líquido e infiltración de preformas. Desde entonces, el número de investigaciones en el campo de los CMM se ha disparado, permitiendo de esta manera su progresiva introducción no solo en componentes de elevadas prestaciones en aeronáutica, espacio o defensa, sino también en componentes estructurales y no estructurales tanto en automoción como en electrónica, electricidad, componentes mecánicos, etc.

Entre las principales mejoras que los composites de matriz metálica aportan, en comparación con sus más directos competidores como son los materiales metálicos no reforzados, destacan la alta rigidez y resistencia específicas, mejores prestaciones a altas temperaturas, elevada resistencia al desgaste y abrasión, bajo coeficiente de expansión térmico, mejora de propiedades frente al choque térmico, así como menor densidad.

Los composites de matriz metálica se clasifican por el tipo de refuerzo utilizado. De esta manera, se pueden hacer tres grandes grupos en función de si el composite está reforzado con partículas, fibras discontinuas o cortas y fibras continuas o largas, como está representado en la Figura 1.1. Dentro del segundo grupo se incluyen aquellos CMM

reforzados con whiskers, que son monocristales alargados de diámetro inferior a  $1\mu\text{m}$  y longitud inferior a  $20\mu\text{m}$ , de elevadas prestaciones mecánicas.

Entre las fibras más comúnmente utilizadas cabe destacar las de carbono, grafito, alúmina, sílice y carburo de silicio. Los whiskers mas utilizados son los de carburo de silicio o nitruro de silicio, mientras que como refuerzo en partículas hay una gran variedad, entre las cuales destacan el carburo de silicio, alúmina, carbono y grafito.



**Figura 1.1.-** Representación esquemática de los tres principales tipos de CMM en función de los diferentes refuerzos añadidos a la matriz. De izquierda a derecha: fibra continua, fibra discontinua o whiskers y partículas.

El porcentaje de refuerzo añadido a la matriz puede variar desde un 5-10%, en la fabricación por mezcla en estado líquido, hasta un 65-80%, en procesos como la pulvimetalurgia.

Muchas han sido las matrices metálicas utilizadas en la fabricación de CMM, sin embargo, la mayoría de los trabajos se centran en titanio y en aleaciones ligeras tales como aluminio y magnesio. No obstante, en los últimos años se están investigando también otro tipo de matrices como zinc<sup>1-4</sup>, cobre<sup>5-10</sup>, compuestos intermetálicos<sup>11-12</sup>, etc...

La tabla 1.1 señala algunas de las aplicaciones industriales más comunes de los CMM. La mayoría de ellas corresponden a aplicaciones en componentes de elevadas exigencias para la industria aeronáutica y espacial, pero con una utilización real en servicio ciertamente muy restringida.

Las aleaciones ligeras como el magnesio y, en especial, el aluminio han sido objeto de una rápida introducción en gran cantidad de componentes de automoción en los últimos años. Este interés viene principalmente derivado de la constante búsqueda del ahorro de combustible y, por tanto, de la disminución de emisiones de gases contaminantes a la atmósfera. Sin embargo, su introducción no es posible en determinados componentes

estructurales ya que generalmente no cumplen con las especificaciones requeridas.

Fibra	Matriz	Aplicaciones
Grafito	Aluminio Magnesio Plomo Cobre	Estructuras de satélites, misiles y helicópteros Estructuras espaciales y de satélites Placas acumuladoras de batería Cojinetes y contactos eléctricos
Boro	Aluminio Magnesio Titanio	Apoyos estructurales y álabes de compresor Estructuras de antenas Álabes del ventilador de aeroreactores
Alúmina	Aluminio Plomo Magnesio	Superconductores de contención en reactores Placas acumuladoras de baterías Estructuras de transmisiones de helicópteros
SiC	Aluminio Titanio Superalación	Componentes sometidos a desgaste Componentes sometidos a altas temperaturas Componentes en cámaras de combustión
Molibdeno	Superalación	Componentes en motores
Wolframio	Superalación	Componentes en motores, toberas.

**Tabla 1.1.-** Aplicaciones industriales más comunes de los composites de matriz metálica

La adición del refuerzo permite aumentar el nivel de prestaciones de dichas aleaciones ligeras hasta unos valores similares a aquellos presentados por los materiales convencionales (habitualmente aleaciones férreas), especialmente si se trata de propiedades específicas (en función del peso), propiedades a altas temperaturas o resistencia al desgaste. Ello permite su progresiva introducción en componentes estructurales. No obstante, las fuertes restricciones de costes en la industria de automoción limitan las tecnologías de fabricación a aquellas más asequibles (infiltración de preformas y mezcla en estado líquido o semi-sólido) y los materiales de refuerzo a partículas y fibras cortas.

El carbono representa uno de los materiales de refuerzo con mayor interés, ya que a sus altas propiedades mecánicas y variedad de clases que existen en el mercado, hay que añadir su bajo peso. Este aspecto le ha hecho especialmente interesante en aplicaciones donde se requiere un bajo peso a la vez que altas propiedades mecánicas. Si a esto unimos el cada vez mayor grado de desarrollo y variedad de los procesos de fabricación de este tipo de fibras, que han hecho disminuir sensiblemente su precio durante los últimos años (procesos como el conocido de crecimiento de fibras de carbono en fase

vapor), se concluye con que el sistema aluminio-carbono es uno de los que potencialmente mayor interés tiene para la industria y más en concreto, para el sector de automoción.

El presente trabajo, por lo tanto, trata de optimizar y poner a punto el proceso de fabricación de composites de aluminio reforzados con fibra corta de carbono mediante procesos de fabricación de bajo coste (como la infiltración de preformas o mezcla en estado líquido/semi-sólido) para su introducción en la industria de automoción.

## **1.2.- ESTADO ACTUAL Y FUTURO DE LOS CMM.**

Los materiales compuestos, como combinación de dos o más materiales, existen desde lo más remoto de nuestra antigüedad. Sin embargo, los composites, como actualmente los conocemos, es decir, la combinación de uno o más elementos de refuerzo y una matriz monolítica, aparecen a mediados del presente siglo. El desarrollo de este tipo de materiales vino como consecuencia de la creciente demanda de materiales con elevadas prestaciones en los sectores más innovadores, como son la aeronáutica, defensa y espacio. Los primeros composites estuvieron constituidos por un polímero al que se añadía un refuerzo en forma de fibra. La adición del refuerzo se hacía con el fin de mejorar las pobres prestaciones mecánicas de los materiales poliméricos, haciendo posible su introducción en componentes aeronáuticos gracias a su ligereza y al escaso coste de las tecnologías necesarias para su fabricación.

La aparición de los plásticos reforzados constituyó una auténtica revolución en el mercado de materiales en las décadas de los 40 y 50 (sus primeras aplicaciones tuvieron como fin disminuir el peso de los aviones durante la Segunda Guerra Mundial). Con el mismo concepto con el que nacieron los plásticos reforzados, y, a medida que se han aumentado los rendimientos de los procesos productivos así como las exigencias de los componentes en servicio, nacieron los composites de matriz metálica y matriz cerámica. De estos dos últimos grupos, son los composites de matriz metálica los que, a juicio de gran número de científicos de todo el mundo, pueden constituir la siguiente revolución dentro del mundo de los materiales. Sin embargo, a pesar de que hace más de una

década ya se predecía una rápida introducción en la industria, ésta aún no se ha hecho del todo efectiva, principalmente debido a un estancamiento en la reducción de precios derivados tanto de las materias primas como, y sobre todo, de los procesos de fabricación, que les hagan competitivos frente a los materiales tradicionales.

Próximos ya a la finalización del año 2000, el porcentaje de composites de matriz polimérica actualmente introducidos en la industria es aún abrumadoramente superior al resto de composites, constituyendo alrededor del 90% de todas las aplicaciones de composites. En cuanto a trabajos científicos publicados en los últimos diez años en la revista *Composites Science and Technology*, los plásticos reforzados representan un 80% del total, mientras que el resto corresponden mayoritariamente a metales reforzados, siendo el menor número correspondiente a los cerámicos reforzados<sup>1</sup>. A pesar de este aún bajo porcentaje de CMM respecto a los plásticos reforzados, es indudable su imparable avance, principalmente en la década actual.

Un informe elaborado en EE.UU. en el año 86 preveía un rápido avance de la introducción de los composites de matriz metálica en diferentes sectores, en comparación con la, hasta entonces, situación de estos materiales, en la que las aplicaciones en defensa y aerospacial eran todavía predominantes<sup>13</sup>. Su introducción dependería básicamente de que sus costes disminuyeran en una gran proporción, previéndose, ya por entonces, un descenso de su precio en un período no inferior a los diez años (situación que se ha cumplido). No obstante, la posibilidad de los composites de pasar de ser un material de altas prestaciones a convertirse en un material cuya aplicación en componentes comerciales sea rentable económicamente, depende de varios factores principales, entre los cuales se han de destacar la capacidad de producción a gran escala, grado de fiabilidad en sus propiedades, así como coste de fabricación y materias primas. El coste del material en sí mismo no tiene tanta importancia como el coste de la función que lleva a cabo un componente en servicio, lo que incluye fabricación del componente, prestaciones y vida en servicio. Esta estimación es francamente difícil de realizar para cada diferente aplicación industrial. Sin embargo, no se pueden olvidar las mejoras en propiedades que introduce un CMM respecto a su matriz sin reforzar y, por tanto, su más larga vida en servicio, a la hora de



hacer una estimación global de su rentabilidad económica en comparación con su/s competidor/es. Desgraciadamente, este concepto no ha sido muy bien entendido por los actuales fabricantes de componentes y usuarios finales, que se han centrado más en el coste directo derivado de la fabricación del material y no en las mejoras que por su introducción se producen en los procesos, lo que está frenando su incorporación efectiva al mercado de materiales.

Varios estudios llevados a cabo a finales de los años ochenta por la empresa *Business Communications Company* (BCC) y por Kline and Company, predecían un 22 y 28% respectivamente de crecimiento anual en el sector comercial para los composites de matriz metálica hasta el año 2000<sup>14</sup> (la tabla 1.2 muestra los datos obtenidos del estudio de BCC acerca de los CMM hasta el año 2000). Estas predicciones se han acercado en cierto modo a lo que realmente ha sucedido, sobre todo en cuanto al espectacular auge de los composites de cobre y aluminio, y al mayor crecimiento de las aplicaciones en sectores comerciales, donde juega un papel de especial importancia el coste final del producto. Sin embargo, el gran despegue que se esperaba en el período comprendido entre 1993 y el año 2000, todavía no ha tenido lugar, debido en parte a las razones anteriormente expuestas, es decir, al aún alto coste del material. No obstante, este crecimiento se espera que tenga lugar en un período no superior a 5 años.

<b>Tipo</b>	<b>1988</b>	<b>1993</b>	<b>2000</b>	<b>Crecimiento (%)</b>
Aluminio	12.0	35.0	78.3	16.9
Magnesio	2.0	8.9	20.0	21.2
Titanio	1.0	2.6	14.1	24.7
Cobre	1.4	5.5	28.3	28.5
Intermetálicos	1.6	6.5	25.6	24.8
In-situ	1.6	6.5	25.6	26.0
Sector Comercial	3.1	15.2	48.3	25.7
Sector Defensa	16.9	53.6	156.0	20.3
Todos los sectores	20.0	68.8	204.3	21.4

**Tabla 1.2.-** Mercado para los composites de matriz metálica, 1988-2000 (en millones de dólares).

Estos estudios predijeron un mercado total de los composites de alrededor de 450 millones de dólares para el año 1998, correspondiendo mas de 100 millones solamente a aluminio reforzado. Aunque aún es demasiado pronto para tener disponibles dichos datos reales, muchos investigadores y empresas fabricantes de materiales composites de matriz metálica parecen coincidir en que este volumen es mucho menor del esperado, aunque de nuevo vuelven a coincidir en que se trata de un retraso de alrededor de cinco años respecto a las predicciones. Por otra parte, la potente empresa aeronáutica British Aerospace estima que el mercado para CMM sólo en el mercado aeronáutico será de alrededor de 228 millones de dólares en el año 2001.

Durante los primeros años de la presente década se han realizado enormes esfuerzos en el desarrollo de las tecnologías de fabricación de composites de matriz metálica, lo que ha permitido la disminución de los precios y, sobre todo, su progresiva introducción en componentes comerciales. Así, podemos destacar varios programas de puesta a punto y desarrollo industrial de fabricación a gran escala de composites de matriz metálica tanto en empresas norteamericanas (Alcan, Lanxide, Duralcan Co.) como japonesas (Toyota, Honda) y europeas (Hydro-Aluminium, BP), entre las cuales cabe destacar: *“Desarrollo de pistones reforzados y bloques de motor mediante infiltración de preformas a gran escala”*; *“Procesos de deposición por spray para producción de lingotes de CMM”*, *“Producción por oxidación directa del metal e infiltración sin presión de composites resistentes al desgaste y componentes electrónicos”* o *“Desarrollo de procesos de fabricación de CMM a gran escala por fundición y pulvimetalurgia”*.

Por otro lado, también cabe destacar la aparición de fabricantes a gran escala de CMM de altas prestaciones para aeronáutica o espacio (principalmente titanio reforzado), como son la americana Textron o la DERA británica.

En la década pasada los EE.UU. han centrado su mayor esfuerzo en el desarrollo de composites para aplicaciones aeronáuticas, espacio y defensa, mediante programas nacionales de enormes presupuestos tales como el NASP, HITEMP, HSCT, IHPTET, etc... Sin embargo posteriormente se han incorporado rápidamente a la investigación y

desarrollo en los sectores comerciales, donde Japón ha tenido mas desarrollo tradicionalmente (especialmente en automoción) a través de una fuerte inversión en investigación por parte de grandes compañías privadas. En Europa, el número de programas de investigación con ayuda financiera de la Comunidad Europea constituye el capítulo de mayor importancia. De esta manera, el número de proyectos BRITE, CRAFT y EUREKA, en los que colaboran empresas privadas y universidades, dedicados a este campo, ha ido en aumento. A pesar de que existe una mayor diversificación en sectores que en EE.UU. y Japón, existe una mayor tendencia hacia los sectores comerciales y, en especial, al sector de automoción.

En España, sin embargo, todavía el número de proyectos relacionados con los CMM es muy escaso. La mayor parte de ellos se centran en aspectos muy puntuales en caracterización de materiales comerciales e investigación básica, mientras que ha habido muy poco esfuerzo hacia el desarrollo de componentes reales, procesos de fabricación al nivel de planta piloto o investigación en nuevos CMM. Casi todos ellos se han desarrollado bajo el marco de proyectos europeos, con excepción de algunos proyectos privados que han tenido muy escasa difusión.

Tanto por los datos de ventas como de investigación y desarrollo anteriormente expuestos, podemos concluir que los composites de matriz metálica son un campo de gran desarrollo y rápida introducción en los sectores comerciales y aeronáutico en un futuro muy cercano. Aunque el mayor interés lo acaparan las aplicaciones en automoción, existe un gran crecimiento en todos los sectores, en especial en el aeronáutico y espacial, que sigue constituyendo el marco en el cual se desarrollan las principales innovaciones.

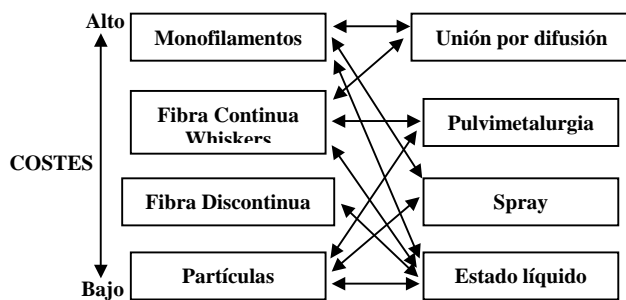
### **1.3.- APLICACIONES**

Aunque muchos de los sectores en los que se están introduciendo los CMM han sido anteriormente citados, en este apartado se van a tratar con especial atención las aplicaciones más relevantes en las cuales se han introducido. En un principio, su desarrollo vino dado como respuesta a una creciente demanda de materiales de más

altas prestaciones mecánicas y bajo peso para la industria espacial y defensa, como anteriormente se ha señalado. Sin embargo, la diversificación hacia sectores menos exigentes en cuanto a propiedades, y más en cuanto a costes, ha tenido un ritmo creciente durante la última década.

### 1.3.1.- Automoción

Los composites de matriz metálica se introdujeron por primera vez en la industria automovilística a principios de los años ochenta. Las exigencias de reducción de peso y, por tanto, de consumo de carburantes y emisiones contaminantes, fueron la razón por la cual los fabricantes automovilísticos se decidieron a desarrollar aleaciones ligeras



**Figura 1.2.-** Costes de los diferentes tipos de refuerzo y procesos de fabricación de CMM para aplicaciones en automoción. Fuente Ref. 14.

reforzadas que permitieran la sustitución de aceros, aleaciones férreas y aluminios. Fue la industria japonesa, como principal fabricante mundial de automóviles, quien dio el primer paso para su introducción en el automóvil, aunque rápidamente le siguieron constructores

europeos y norteamericanos. El principal volumen de fabricación corresponde a aluminio reforzado con fibras cortas o partículas, fabricados a partir de mezcla en estado líquido/semi-sólido o por infiltración de preformas (squeeze casting), aunque también se ha investigado en otras matrices (magnesio) y procesos de fabricación (pulvimetalurgia o diffusion bonding). La Figura 1.2 muestra los costes relativos de los diferentes procesos comúnmente utilizados para la fabricación de CMM para automoción<sup>15</sup>.

Entre las mejoras introducidas por estos materiales cabe destacar las propiedades a altas temperaturas, resistencia específica y rigidez, menor peso y elevada resistencia al desgaste.

La tabla 1.3 muestra las principales aplicaciones de los composites de matriz metálica en la industria de automoción. La gran mayoría de las aplicaciones señaladas en dicha tabla no han encontrado aún su introducción al comercio, sino que han sido probadas en prototipos de competición. Las aplicaciones que ya han conseguido demostrar no sólo su mejora en cuanto a propiedades, sino también su factibilidad desde un punto de vista económico, han sido los pistones de motor de aluminio reforzado con fibras cortas de alúmina (pistón de Toyota), las bielas (Honda) y los aluminios reforzados con partículas de carburo de silicio (piezas del sistema de freno). Además, últimamente, la marca japonesa Honda ha introducido en su modelo Prelude un bloque de motor de aluminio con refuerzo selectivo de una mezcla de alúmina y grafito en los cilindros, con el fin de mejorar tanto dureza (alúmina) como disminuir coeficiente de fricción (grafito). Dicha aplicación, ha sido introducida satisfactoriamente en las plantas norteamericanas de Honda (más de 300.000 unidades en 5 años).

Composite	Aplicación	Mejora de Propiedades
Al + SiC(p)	Pistón Árbol de transmisión Biela Componentes del freno Camisas de cilindro	Resistencia desgaste y alta resistencia Rigidez específica Resistencia específica y rigidez Resistencia al desgaste y rigidez Resistencia al desgaste y a alta T <sup>a</sup>
Al + SiC(w)	Bielas	Rigidez específica y resistencia; coeficiente de expansión térmico.
Al + Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (f.c)	Segmentos Corona del pistón	Resistencia al desgaste Resistencia a fatiga y fluencia
Al + Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (f.l)	Bielas	Resistencia específica y rigidez. Coeficiente de expansión térmico.
Al + Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (p)	Muelle de válvulas, levas	Desgaste, elevada resistencia
Al + SiO <sub>2</sub> (f.c)	Piezas de amortiguación	Resistencia a fluencia por compresión
Al + TiC (p)	Pistón, bielas	Fatiga y desgaste
Al + Gr (p)	Camisas de cilindro, pistones y cojinetes	Menor desgaste y fricción
Mg + Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (f.c)	Pistones	Alta resistencia y rigidez específicas
Mg + SiC(w)	Engranajes	Alta resistencia al desgaste y rigidez

\* P = partículas; W = whiskers; f.c. = fibra corta; f.l. = fibra larga

**Tabla 1.3.- Componentes de automoción en composites de matriz metálica**

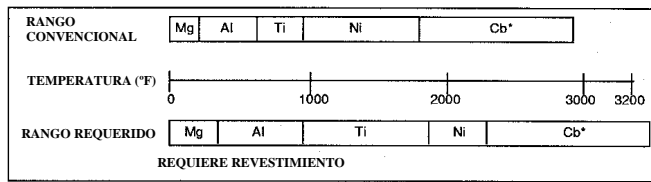
La reducción de peso por el uso de composites tanto en los pistones como en bielas (30%), permitiría la fabricación de motores diesel de cuatro cilindros de capacidad

mayor a la que se alcanza actualmente, en los que la masa de ambas piezas es mucho mayor (acero) y, por tanto, un desplazamiento de cilindros demasiado grande (superior a dos litros) genera fuerzas demasiado elevadas en la zona de ensamble entre ambas. Incluso, la ligereza de ambas piezas permitiría unas velocidades de movimiento mucho mayores, lo que daría lugar a un mayor rendimiento en la combustión y, por tanto, mayor energía del motor (5%), a la vez que una reducción de peso en otros elementos del sistema de transmisión (ejes y cigüeñal). Otro de los requerimientos imprescindibles para una biela es su resistencia a fatiga axial y de alto número de ciclos a alta temperatura (423-453 K). En estos casos se han utilizado aluminios reforzados con partículas de carburo de silicio fabricados por pulvimetalurgia o, incluso, fabricados a partir de material comercial con un posterior proceso de forja. Otras propiedades interesantes en este tipo de componentes es un bajo coeficiente de expansión térmico, módulo de elasticidad y resistencia al desgaste (especialmente en cabeza y pie), lo que se puede alcanzar con una adecuada elección de refuerzo/s y proceso de fabricación. No obstante, el elevado precio de dichos componentes fabricados por forja o pulvimetalurgia, hace inviable por el momento su introducción a escala industrial en Europa. Sin embargo, en Japón, donde el ahorro de combustible es un problema crucial, se han introducido en varios miles de vehículos desde principios de los noventa<sup>16</sup>.

El caso del pistón es algo diferente al de la biela, puesto que en esta pieza los requerimientos de desgaste, fatiga, ciclado térmico, alta conductividad térmica y resistencia a la combustión de gases son predominantes. En este caso, los pistones se refuerzan localmente en aquellas zonas interiores a la cámara de combustión de gases, mediante la utilización de la técnica de infiltración a alta presión de preformas cerámicas con metal fundido, también llamado proceso de forja líquida o “squeeze casting” en terminología anglosajona.

### **1.3.2.- Aeroespacial, aeronáutica y defensa**

La industria aeroespacial y aquella relacionada con defensa, entre las cuales se incluye aeronáutica militar, estructuras antibalas, carros de combate, misiles, etc, han sido históricamente los sectores donde mayor número de innovaciones se han introducido en

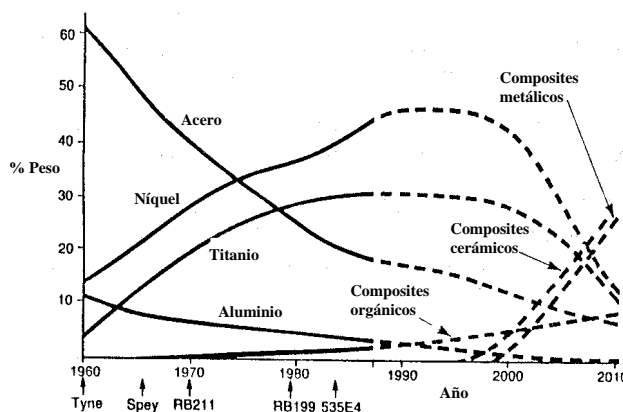


**Figura 1.3.-** Requerimientos de temperatura para los materiales en la industria aeroespacial. Fuente Ref. 17.

menor densidad es de especial relevancia en la industria aeroespacial. Se ha calculado que el ahorro de un kilo en un vehículo espacial, supone un ahorro de medio millón de pesetas por día. Ello permite la inversión de una gran cantidad de dinero que permita reducir el peso del conjunto, a la vez que mejorar las prestaciones de determinados componentes.

Pero no sólo se busca la reducción de peso en la industria aeroespacial, sino que, el cada vez mayor rendimiento exigido a los motores y, en general, a todos los componentes de una aeronave, hace que se busquen materiales más resistentes y, sobre todo, con mayores prestaciones a altas temperaturas<sup>16</sup>, como se muestra en la Figura 1.3.

La mayor parte de las aplicaciones de los composites de matriz metálica dentro de este particular sector está en los motores. En los motores de aviación siempre se busca una mayor relación empuje/peso (normalmente 20:1), mayor eficiencia en la combustión, más larga duración de vida en servicio y menores costos. Para mejorar todos estos aspectos son necesarias importantes mejoras en los materiales de los cuales está compuesto el motor, entre las cuales podemos destacar mayor rigidez, mejor



**Figura 1.4.-** Predicción en la evolución de los materiales en los motores de aviación. Ref. 18., fuente Rolls Royce.

cuanto a materiales de altas prestaciones, no sólo composites sino también nuevas aleaciones,

fibras, cerámicas, polímeros, etc.

La búsqueda de materiales con

comportamiento a altas temperaturas, mayor fiabilidad a mayores niveles de tensión y menor peso. Es por ello que los composites de matriz metálica son considerados como ideales para ser introducidos en determinados componentes. De hecho, Rolls Royce ya

consideró que los composites de matriz metálica entraran a formar parte de los motores de aviación masivamente a finales del siglo XX (Figura 1.4). Es evidente que la evolución de los materiales en los motores de aviación pasa por la reducción de peso. Así, además de la disminución del contenido de acero en los motores, experimentada durante los años 60 y 70, se ha previsto una reducción del peso de las actuales superaleaciones base níquel y aleaciones de titanio, para dar paso a los materiales compuestos, ya sean de matriz metálica o matriz cerámica.

Entre los componentes más importantes que se han desarrollado en CMM para motores de aeronaves militares, podríamos destacar las carcasas de compresores de alta presión (aluminio reforzado con partículas de carburo de silicio), álabes de compresor de baja y media temperatura (aleación de Ti-6Al-4V reforzado con monofilamentos de carburo de silicio y fabricada por diffusion bonding) anillos de tobera o anillos alabeados del compresor<sup>19</sup>. La última clase de materiales susceptibles de ser introducidos en ciertas aplicaciones de motores son los materiales compuestos de matriz intermetálica, entre los cuales cabe destacar los composites de aluminuros de titanio (gamma, alfa, super-alfa2 y ortorrómbicos<sup>9,10</sup>) reforzados con monofilamentos de carburo de silicio o alúmina, para anillos de soporte del estator de turbinas de alta presión, rotores de compresión, alabes de turbina, etc, aunque también estos materiales pueden ser aplicados en pieles externas de vehículos hipersónicos, donde las temperaturas y condiciones de corrosión son extremas.

La mayoría de las aplicaciones anteriormente citadas fueron inicialmente desarrolladas a través de varios programas avanzados de la NASA para la generación de nuevas naves espaciales, tales como NASP, HOTOL, HITEMP o IHPTET. Estos programas perseguían la construcción de vehículos espaciales reutilizables, donde la utilización de materiales ligeros era prioritaria, sustituyendo superaleaciones base níquel, con composites de titanio e intermetálicos.

Otro tipo de aplicaciones muy comunes de los CMM es el empleo en armazones para aviones militares, donde, de nuevo, se requieren materiales más ligeros y, sobre todo, de alta rigidez específica. Se ha investigado principalmente en aleaciones de aluminio



reforzadas con carburo de silicio y alúmina, así como magnesio reforzado con fibra continua de carbono o boro. En estas aplicaciones también se han considerado los materiales laminados de aluminio. Igualmente, en este caso existen ya algunas aplicaciones reales como son la cola del caza F-15 y placas para alas de aviones militares fabricadas en aluminio con whiskers de carburo de silicio, motores de cohetes, articulaciones de alerones de avión, puertas, trenes de aterrizaje, etc.

En cuanto a las aplicaciones en estructuras espaciales se han de destacar el uso de aleaciones ligeras (aluminio y magnesio) reforzadas principalmente con fibras continuas de carbono y carburo de silicio, con el fin de mejorar rigidez y resistencia específicas así como incrementar la estabilidad dimensional (especialmente en el sistema grafito/aluminio). De esta manera se consiguen materiales con coeficientes de expansión térmicos cercanos a cero (la fibra de carbono puede tener un coeficiente de expansión negativo), lo que les hace especialmente adecuados para tubos en estructuras de antenas o espejos, plataformas, telescopios de rayos X, substratos de paneles, etc. También se han desarrollado ciertas aplicaciones de aluminio reforzado con fibra continua de boro para lanzaderas espaciales.

Entre otras aplicaciones espaciales podemos destacar los composites de matriz de cobre, de superaleaciones e incluso de matriz de plomo. Los primeros de ellos se suelen utilizar en empaquetamiento y substratos de sistemas electrónicos, ya que la adición de fibras de carbono y/o carburo de silicio disminuyen el coeficiente de expansión térmico (CET) del material sin reforzar, a la vez que no reducen en demasía sus interesantes propiedades físicas como son conductividad eléctrica y térmica, y se aumentan las bajas propiedades mecánicas del cobre. Tanto el bajo CET como la alta disipación de calor permiten una mayor densidad de elementos electrónicos para una misma superficie, evitando el sobrecalentamiento a la vez que se reducen los problemas de fallos por diferencia de dilatación con los componentes electrónicos a altas temperaturas<sup>7,8,9,20</sup>. Con este mismo concepto de disminución de peso, mayor rigidez y menor CET con respecto a su matriz sin reforzar, se han introducido otros composites con alto porcentaje de refuerzo, tales como el aluminio con partículas de carburo de silicio, fibras de carbono y boro.

Las aleaciones base níquel o superaleaciones, tuvieron un cierto interés hace unos años para su introducción en ciertas aplicaciones de motores de aviación. Sin embargo, no se ha continuado con su investigación debido a incompatibilidades con los refuerzos (alúmina) y las extremas condiciones de fabricación. El plomo, por otra parte, se ha utilizado en baterías.

La tabla 1.4 muestra un pequeño resumen de las aplicaciones de los composites de matriz metálica en este sector.

<b>FIBRA</b>	<b>MATRIZ</b>	<b>APLICACIONES POTENCIALES</b>
Grafito	Aluminio Magnesio Plomo Cobre	Satélites, misiles y estructuras de helicópteros Espaciales y estructuras de satélites Placas de acumuladores de baterías Contactos eléctricos y cojinetes
Boro	Aluminio Magnesio Titanio	Álabes del compresor y soportes estructurales Estructuras de antenas Álabes del fan de motores de propulsión
Borsic (B + SiC)	Aluminio Titanio	Álabes del fan de motores de propulsión Estructuras de alta temperatura y álabes del fan
Alúmina	Aluminio Plomo Magnesio	Reactores de fusión Placas de acumuladores de baterías Estructuras de transmisión de helicópteros
Carburo de silicio	Aluminio Titanio Superalación	Estructuras de alta temperatura Estructuras de alta temperatura Componentes de motor de alta temperatura
Molibdeno	Superalación	Componentes de motor de alta temperatura
Wolframio	Superalación	Componentes de motor de alta temperatura

**Tabla 1.4.-** Aplicaciones de los composites de matriz metálica en espacio. Ref. 21.

### 1.3.2.- Otras aplicaciones

Así como hay una enorme variedad de composites de matriz metálica, también hay una enorme cantidad de aplicaciones en las que son susceptibles de ser utilizados. No obstante, dichas aplicaciones no son de especial relevancia en comparación con los sectores anteriormente tratados.

En este apartado debemos destacar, por encima de las demás, las aplicaciones deportivas, tales como cuadros y llantas de bicicleta en aluminio con partículas de

carburo de silicio y alúmina respectivamente, palos de golf en aluminio con nicalon (fibras cortas de carburo de silicio), tubos de aluminio/SiC para catamaranes e incluso raquetas de tenis.

También son de especial importancia las aplicaciones en electrónica, anteriormente tratadas en el capítulo dedicado a aplicaciones aeronáuticas; en la industria nuclear (Al/SiC); componentes mecánicos tales como cojinetes, rodamientos antifricción, dientes de palas excavadoras o máquina herramienta; aplicaciones en biomedicina tales como implantes de cobalto, titanio, tantalio y molibdeno reforzados para uso en placas de fractura, tornillos, implantes dentales, etc.

#### **1.4.- MÉTODOS DE FABRICACIÓN DE CMM**

Para la introducción del refuerzo cerámico en la matriz metálica se han venido utilizado un amplio abanico de procesos. Dichos procesos incluyen adaptaciones de técnicas convencionales como la pulvimetalurgia, fundición a alta y baja presión, colada por gravedad, así como el uso de tecnologías modernas como proyección con atomización y unión por difusión.

Algunos de los factores que deben ser considerados antes de proceder a la fabricación de CMM son los siguientes:

1. La mayor parte de los materiales de refuerzo, y en especial las fibras, son muy quebradizas. La rotura de fibras durante el proceso debe ser minimizada para prevenir pérdidas sustanciales en propiedades mecánicas.
2. Algunos refuerzos pueden reaccionar debido a la exposición a altas temperaturas en atmósfera oxidante o en contacto con metal sólido o fundido. El recubrimiento de la fibra, o la adición de determinados componentes aleantes a la matriz, puede contribuir a reducir este efecto.
3. Una unión fuerte en la intercara fibra/matriz es crítica para asegurar la transferencia de cargas desde la matriz a la fibra. La condición *sine qua non* es que exista una buena mojabilidad entre fibra y matriz.

4. El control sobre la posición de la fibra y distribución durante el proceso es esencial para asegurar las propiedades del composite. En el caso de refuerzo continuo este aspecto es fundamental, así como mantener la orientación de las fibras, para prevenir una pérdida de propiedades.
5. Es necesario obtener un CMM totalmente denso (porosidad cero) para prevenir la presencia de defectos que puedan tener una influencia negativa sobre las propiedades del composite.

Algunos procesos satisfacen unos requerimientos mejor que otros, sin embargo, ya que no existe el proceso "ideal", la elección del sistema matriz-refuerzo y proceso de fabricación para un componente determinado se llevará a cabo a través de una solución de compromiso, donde se tendrán en cuenta todos los anteriores aspectos comentados y, sobre todo, el precio final. La elección del proceso de fabricación también dependerá del tipo de refuerzo que se quiera utilizar para alcanzar las propiedades requeridas, siendo inviable, por ejemplo, la adición de refuerzos continuos a la matriz por procesos de mezcla en estado líquido o por pulvimetalurgia.

En general, los procesos de fabricación de composites de matriz metálica se pueden dividir en dos grandes grupos, en función del estado de la matriz cuando es añadido el refuerzo: i) procesos en estado líquido y ii) procesos en estado sólido.

Por supuesto, cada uno de los dos grupos de fabricación tiene sus ventajas e inconvenientes. La fabricación por procesos en estado sólido da lugar a materiales con mas elevadas prestaciones, debido principalmente a que son procesos que se llevan a cabo en condiciones perfectamente controladas. La mayoría de los CMM hasta ahora introducidos en componentes en servicio han sido fabricados mediante estas técnicas. Sin embargo, su elevadísimo precio final restringe su introducción en aplicaciones comerciales. Los procesos en estado líquido dan lugar a CMM de menores prestaciones debido a la complejidad de los procesos y a la dificultad de control de todos los parámetros que intervienen, para evitar fenómenos de rotura de fibras, reactividad, mala mojabilidad, reparto no homogéneo del refuerzo, etc. En cambio, el precio del material es mucho menor y la variedad de formas en las piezas puede ser mucho mas amplia, lo

que les hace mas adecuados para fabricación de componentes comerciales. Debido a estas razones, la mayoría de los esfuerzos en investigación y desarrollo en el mundo, se están centrando en este tipo de procesos.

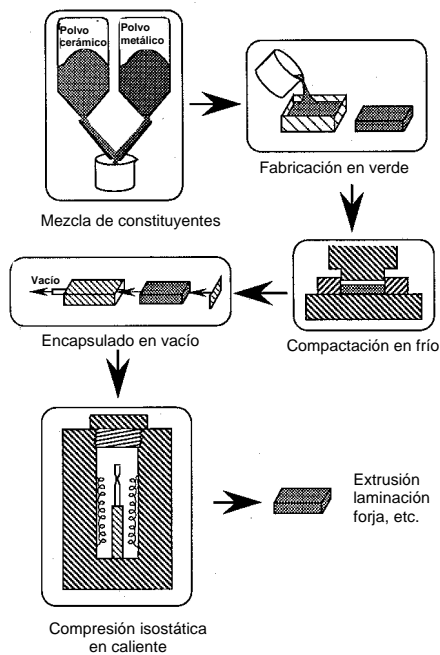
#### **1.4.1.- Procesos en estado sólido**

Los procesos en estado sólido de fabricación de CMM permiten conseguir los materiales de más altas prestaciones. Los mas conocidos son el "diffusion bonding" (soldadura por difusión) y la pulvimetalurgia. A continuación se explican las características y parámetros más importantes en cada uno de ellos:

##### **1.4.1.1.- Pulvimetalurgia**

Este proceso es básicamente igual a la pulvimetalurgia convencional. Mediante este proceso solo es posible fabricar composites con refuerzo discontinuo (partículas, fibras cortas o whiskers). Se han utilizado todo tipo de matrices metálicas, tales como aluminio<sup>22-30</sup>, magnesio<sup>73</sup>, cobre<sup>34,35</sup>, acero<sup>31,36</sup>, titanio<sup>35</sup>, intermetálicos<sup>32,72</sup>, etc... Se pueden fabricar piezas de forma final (no requieren mecanizado), con refuerzos de tamaños inferiores incluso a 5µm, lo que permite un gran incremento de la tenacidad y ductilidad.

El proceso está esquematizado en la Figura1.5. Normalmente, se parte de un polvo metálico prealeado (en vez de partir de mezclas elementales) que se mezcla con el polvo cerámico o fibras cortas de refuerzo. Esta mezcla se prensa en frío para obtener un compacto en verde que necesita un proceso posterior de desgasificado y una compactación en caliente y, por último, un proceso de extrusión, laminado o forja, si el material lo requiere. En ocasiones, después del desgasificado se procede al proceso de forja directamente.



**Figura 1.5.-** Esquema de fabricación de CMM por pulvimetalurgia. .

Habitualmente, el proceso de compresión en caliente se lleva a cabo por debajo de la temperatura solidus de la matriz, para evitar reacción fibra/matriz. No obstante, en casos especiales, se aumenta esta temperatura ligeramente por encima de dicha temperatura, sobre todo con el fin de evitar rotura de whiskers o disminuir la formación de tensiones de deformación.

El proceso de mezcla del refuerzo y la matriz se puede hacer especialmente complicado cuando se trabaja con fibras cortas o whiskers, ya que estos tienden a permanecer en estado aglomerado. Esta tendencia es mucho mayor cuanto mayor sea la longitud de las fibras.

Desde hace varios años hay disponibles en el mercado composites fabricados por pulvimetalurgia, como por ejemplo lingotes de aleaciones de aluminio con 35% de refuerzo de carburo de silicio para su posterior forja, extrusión, etc, o aleaciones de cobre con partículas de grafito para su uso como cojinetes antifricción.

#### 1.4.1.2.- Unión por difusión

Este proceso primeramente apareció para la soldadura de metales (unión metal-metal y unión metal-no metal) y consiste, básicamente, en la unión de dos piezas que están en contacto íntimo, a las cuales se les aplica un ciclo de presión y temperatura, para que, mediante un proceso de interdifusión de átomos entre ambas piezas, y sin llegar al punto de fusión de ninguna de ellas, se genere una unión<sup>37</sup>.

Aunque los parámetros y leyes que rigen el proceso son básicamente los mismos que en la soldadura, cuando hablamos de proceso de fabricación de composites el concepto es

completamente diferente, puesto que estamos hablando de un proceso de conformado de un nuevo material y no de la unión de dos o más piezas. Es por ello que definir este proceso como “soldadura por difusión” podría conducir a error, prefiriéndose el término anglosajón, que da idea de un concepto más amplio, a la vez que se hace más sencillo, al ser un término habitualmente utilizado en el lenguaje de laboratorio.

Es un proceso muy caro, cuya utilización solamente se justifica mediante la fabricación de piezas de altas prestaciones y con muy alto valor añadido. Se utiliza habitualmente en la fabricación de composites de aleaciones de titanio<sup>41-44</sup> y sus intermetálicos<sup>10-12,45,46</sup> reforzados con fibra continua y, más concretamente, con monofilamentos de carburo de silicio, para la industria aeronáutica y espacial. También se ha usado para la fabricación de piezas de elevados requerimientos en otras industrias, como la electrónica (control del coeficiente de dilatación), aunque es mucho menos habitual. Entre otras matrices usadas en este proceso destacan el aluminio<sup>47</sup> y el cobre<sup>8,9,48-50</sup>.

Por otra parte, esta tecnología permite la fabricación de composites con dirección del refuerzo controlada y con alto volumen de refuerzo, lo que es una ventaja cuando se requieren propiedades mejoradas en una dirección. Entre los procesos mas conocidos que utilizan el diffusion bonding para la fabricación de CMM, se cuentan el laminado a vacío en caliente, coextrusión<sup>64,65</sup>, conformado superplástico y la compresión en caliente a vacío. Este último es el más conocido y tiene dos variedades principales, dependiendo de la forma de la matriz:

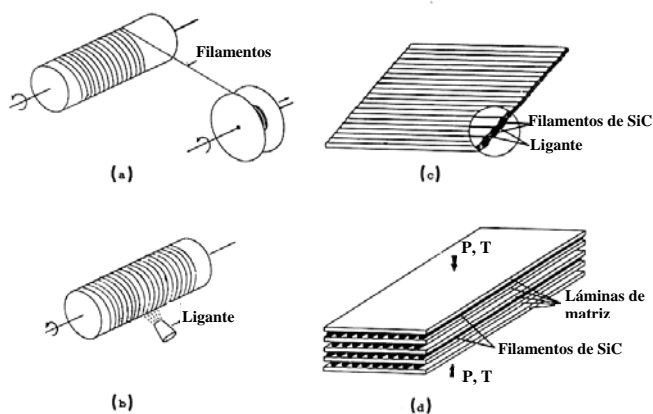
- La matriz está en forma de lámina delgada y el composite se forma mediante el apilamiento de láminas alternantes de matriz y fibras dispuestas en dirección longitudinal.
- La matriz se deposita en la superficie de la fibra mediante técnicas de CVD, plasma sputtering, etc. Posteriormente, las fibras con el revestimiento se apilan y se lleva a cabo el proceso de compresión en caliente.

Ambos procesos son muy similares, llevándose a cabo en una prensa caliente a vacío (Hot Press) o mediante presión isostática en caliente (HIP), y están esquematizados en

la Figura 1.6. El proceso generalmente consta de varios pasos: i) limpieza y activación superficial de las láminas de metal; ii) alineamiento de las fibras; iii) apilamiento de láminas consecutivas de matriz y refuerzo, introducción en el molde; iv) introducción en la cámara de vacío; v) eliminación del ligante utilizado para mantener las fibras en posición rígida; vi) aplicación de presión a temperatura inferior a la temperatura liquidus del metal (generalmente entre el 60-70% de dicha temperatura).

Durante el proceso de consolidación del composite, la lámina fluye a través de los huecos entre fibras y se une a las dos láminas vecinas (superior e inferior) de matriz en la zona en donde se encuentran (punto medio de la fibra), a la vez que rodea a la fibra, quedando ésta perfectamente embebida en la pieza. El tiempo requerido para el proceso de consolidación depende principalmente del tiempo y presión utilizada, y, por tanto, de la velocidad a la que el material rellena todos los huecos alrededor de las fibras y se une efectivamente con el resto de las láminas. La temperatura y presión del proceso están en función de la reactividad fibra-matriz, de la facilidad de fluencia de la matriz y de la posible rotura de fibras. Normalmente, hay una relación directa entre ambos parámetros, siendo la presión requerida menor a medida que la temperatura es mayor. Todo el proceso se lleva a cabo en alto vacío para prevenir cualquier formación de óxidos en el metal o, incluso, degradación de la fibra.

Los aspectos más importantes que hay que tener en cuenta para conseguir una pieza

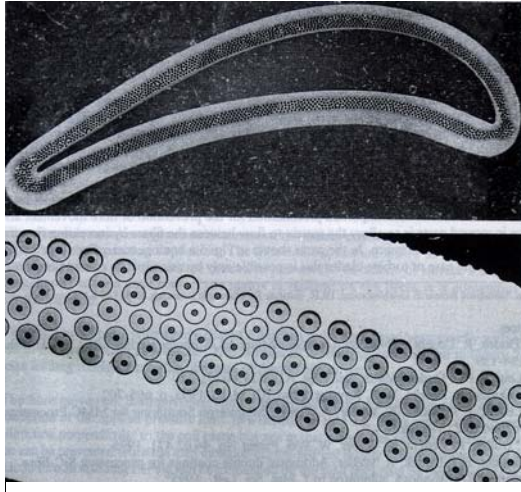


**Figura 1.6.-** Proceso de unión por difusión para fabricación de composites de matriz metálica. Ref 38.

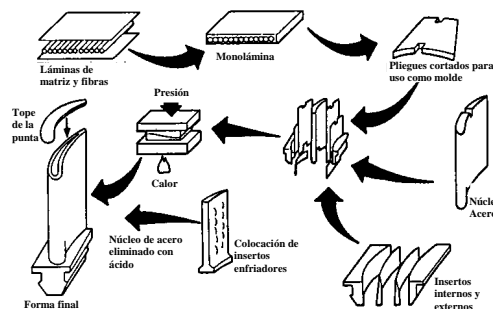
final con óptimas propiedades son la posible degradación de la fibra durante el proceso (ya sea rotura o reactividad fibra-matriz) y la consolidación entre láminas de matriz (ausencia de porosidades).

La Figura 1.7 muestra la microestructura en el corte de una pieza aeronáutica (álabe





**Figura 1.7.-** Álabes de turbina hueca para motor de aviación fabricada por *diffusion bonding* de Ti-6Al-4V/SiC. Ref 39.



**Figura 1.8.-** Esquema de la compleja fabricación de turbina de motor de aviación en composite de Ti-6Al-4V/SiC. Ref 40.

de turbina) de aleación Ti-6Al-4V reforzada con monofilamentos de carburo de silicio<sup>39</sup>. La complejidad para hacer este tipo de piezas es muy grande, por lo que el precio final de la misma es elevadísimo, siendo sólo interesante para componentes de muy altas sollicitaciones y en industrias como la aeronáutica o espacial. La Figura 1.8 muestra la gran cantidad de etapas que requiere la fabricación de una pieza similar<sup>40</sup>. El principal problema de esta técnica estriba en la dificultad de hacer piezas de formas complicadas y, sobre todo, de gran tamaño.

#### 1.4.1.3.- Otros

Existe una gran variedad de procesos de fabricación de composites en estado sólido diferentes a los dos principales anteriormente tratados, aunque la mayoría de

ellos son ligeras variaciones de estos.

El proceso de deposición física en fase vapor también ha sido estudiado como proceso de fabricación de CMM<sup>51</sup>. Es un proceso bastante lento, con excepción del llamado proceso de evaporación, en el cual se vaporiza la matriz del composite en una cámara a alto vacío<sup>52</sup> y se deposita sobre la superficie de la fibra continua. Una vez que la matriz está depositada homogéneamente sobre la superficie de la fibra, las fibras se disponen adecuadamente de manera que, una vez llevado a cabo el proceso de difusión, se obtiene una pieza completamente consolidada.

Otro proceso de deposición física en fase vapor es el llamado “ion plating”. En este

proceso el vapor pasa a través de un gas (Argón) haciéndose una descarga alrededor del sustrato, dando lugar al bombardeo de iones tanto de argón como del material de revestimiento. Origina depósitos mas densos, aunque el proceso es más lento que el anterior<sup>53,54</sup>. Otro proceso similar a los dos ya mencionados lo constituye el llamado “plasma sputtering”, aunque al fin y al cabo son todas variaciones sobre el mismo concepto.

Por último, merece la pena al menos mencionar diferentes procesos secundarios de consolidación de CMM posterior a su fabricación, que se llevan a cabo con el fin de eliminar porosidad, mejorar propiedades, etc... El mas conocido de todos ellos es la extrusión<sup>66,67</sup>, el cual se lleva a cabo generalmente sobre composites consolidados por pulvimetalurgia y por mezcla en estado líquido. Dicho proceso se lleva a cabo con una alta velocidad de deformación, dando lugar a gran cantidad de dislocaciones y una elevada rotura del material de refuerzo si el proceso no se lleva a cabo adecuadamente.

Otros de los procesos secundarios más utilizados son la laminación (similar en concepto al anterior), procesado termomecánico (con el fin de refinar el grano y recrystalizar), deformación superplástica, etc.

#### **1.4.2.- Procesos en estado líquido**

Las diferentes variedades existentes de fabricación de CMM por vía líquida constituyen el grueso de la investigación sobre composites metálicos existentes en el mundo. Ya se ha hecho mención varias veces con anterioridad a que estos procesos son los que están encontrando una aplicación real en diferentes sectores comerciales, ya que, aunque los materiales obtenidos no son de tan altas prestaciones como los obtenidos a través de procesos en estado sólido, en cambio, el precio final del componente es mucho más asequible. Aun así, estos materiales resultan demasiado caros para su introducción industrial masiva, por lo que la investigación en este campo deberá seguir avanzando con el fin de conseguir una importante reducción en los costes finales. Existen cuatro líneas principales de investigación:

- i) Procesos de mezcla en estado líquido o semi-sólido, también llamados

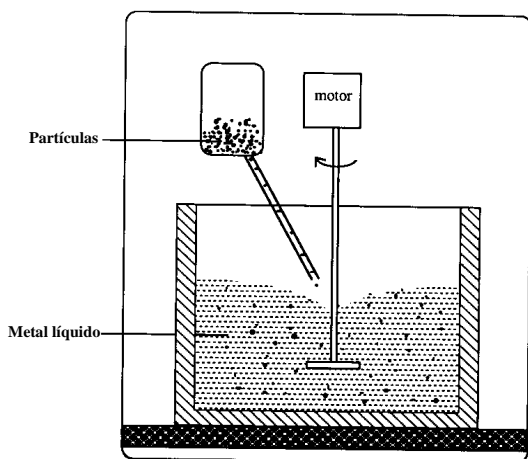
procesos de dispersión

- ii) Procesos de infiltración por presión, conocido en el lenguaje de laboratorio como squeeze casting
- iii) Composites in-situ
- iv) Fabricación por plasma.

La atención que se le va a prestar a los dos primeros va a ser mucho más importante que al resto, ya que estas dos tecnologías de fabricación son las que se han utilizado en la presente investigación y además son las que mayor interés han suscitado como potencial introducción industrial.

#### 1.4.2.1.- Mezcla en estado líquido o semi-sólido

Obviamente, este proceso de fabricación se restringe a composites discontinuos (partículas y fibras cortas o whiskers) y a bajos porcentajes de refuerzo. La Figura 1.9 muestra esquemáticamente como se lleva a cabo el proceso, aunque, como se verá en capítulos posteriores, existe una gran variedad de dispositivos para llevarlo a cabo. La ausencia de mojabilidad entre la mayoría de los cerámicos y los metales en estado líquido hacen imposible su incorporación a la matriz sin el uso de una fuerte agitación,



**Figura 1.9.-** Representación esquemática del proceso de adición de refuerzo a través del vórtice mientras la matriz, en estado líquido o semi-sólido, es agitada vigorosamente. Ref 55.

por lo que normalmente se hace una agitación mecánica de la aleación, añadiéndose el refuerzo por el vórtice formado<sup>56</sup>. Una vez el refuerzo está disperso en la matriz, se lleva a cabo el proceso de colada, ya sea en lingotes para su posterior conformado por fundición<sup>70,71</sup> o forja<sup>66,67</sup>, o directamente se conforma la pieza por colada por gravedad<sup>102</sup>, inyección<sup>57</sup>, centrifugación<sup>74</sup>, baja presión o, sobre todo, alta presión (squeeze casting)<sup>97, 100</sup>.

Hay diferentes dispositivos patentados sobre este método de fabricación, en los que se incluyen sistemas de vacío, agitadores especialmente diseñados para llevar a cabo la adición a través de ellos<sup>58,59</sup>, sistemas deflectores para mejorar la mezcla, adición del refuerzo por debajo del vórtice, sistemas de agitación basados en campos electromagnéticos de inducción<sup>68</sup>, etc.

Dentro de los procesos de dispersión del refuerzo en la matriz fundida pueden distinguirse tres tipos de variantes, definidas por el estado en el cual se encuentra la matriz durante la mezcla y posterior colada:

- A. ***Stir-Casting***.- La adición del refuerzo se hace mientras la aleación está completamente fundida, es decir, por encima de la temperatura liquidus, por lo que es un proceso más típico de producción de piezas por moldeo.
- B. ***Rheocasting***.- La adición del refuerzo se hace mientras la aleación se encuentra en el intervalo entre su temperatura liquidus y solidus, es decir, la aleación está, en mayor o menor grado, en estado semi-sólido. Este proceso es más adecuado para hacer un posterior proceso de forja o conformado secundario, ya que el nivel de porosidad obtenido suele ser relativamente alto.
- C. ***Compocasting***.- Es un estado intermedio entre los dos procesos anteriores. Mientras que la mezcla se lleva a cabo en el estado semi-sólido, el proceso de colada o conformado de la pieza se hace en estado líquido. Para ello, una vez que se ha terminado la adición del refuerzo en estado semi-sólido, la temperatura se sube rápidamente por encima de la temperatura liquidus y se lleva a cabo la colada. Este proceso generalmente se lleva a cabo en aquellas aleaciones cuya viscosidad, debido al porcentaje de sólido presente (por estar en el intervalo sólido/líquido y por la adición del refuerzo), es tan elevada que no podría reproducir las formas del molde.

Los dos últimos procesos nacieron como una variante del proceso de rheocasting para metales no reforzados. Este proceso ya fue descrito en 1957<sup>60</sup>, aunque fue posteriormente desarrollado por R. Mehrabian y Merton Flemings<sup>61-63,69</sup>. Desde entonces, un gran número de investigaciones se ha centrado en esta variante<sup>75-87</sup>. La

principal ventaja de este proceso con respecto a la mezcla en estado líquido es que, debido a la estructura parcialmente solidificada de la matriz, el refuerzo se añade más fácilmente y se reparte de manera más homogénea, incluso si éste no es mojado por el metal. Sin embargo, también implica otra cantidad de desventajas, como se describirá en detalle en el capítulo 3. La variante del compocasting, por otro lado, es más interesante desde el punto de vista de fluidez y, por tanto, de producir componentes directamente por colada<sup>88-101</sup>. La dificultad para trabajar con una aleación semi-sólida, la formación de una vórtice mucho más pastoso en el que es difícil añadir el refuerzo, y algunos otros aspectos que se comentarán en el capítulo 3, hacen más sencillo trabajar siempre en el estado líquido (stir-casting), es decir, tanto en el momento de añadir el refuerzo como en la colada<sup>103-108</sup>.

En general, estos procesos cuentan con grandes dificultades que hay que superar, si se quiere conseguir llegar a unas propiedades mínimamente aceptables. Entre ellos cabe destacar el rechazo del refuerzo por la matriz, falta de homogeneidad del refuerzo en la pieza, excesiva reactividad fibra/matriz, rotura de fibras (disminución de la longitud en el caso de fibras cortas), atrape de óxidos, formación de “clusters” (conjuntos de fibras o partículas), porosidad debido a la elevada viscosidad de la mezcla, etc. No obstante, cada uno de ellos será tratado con especial atención en próximos capítulos.

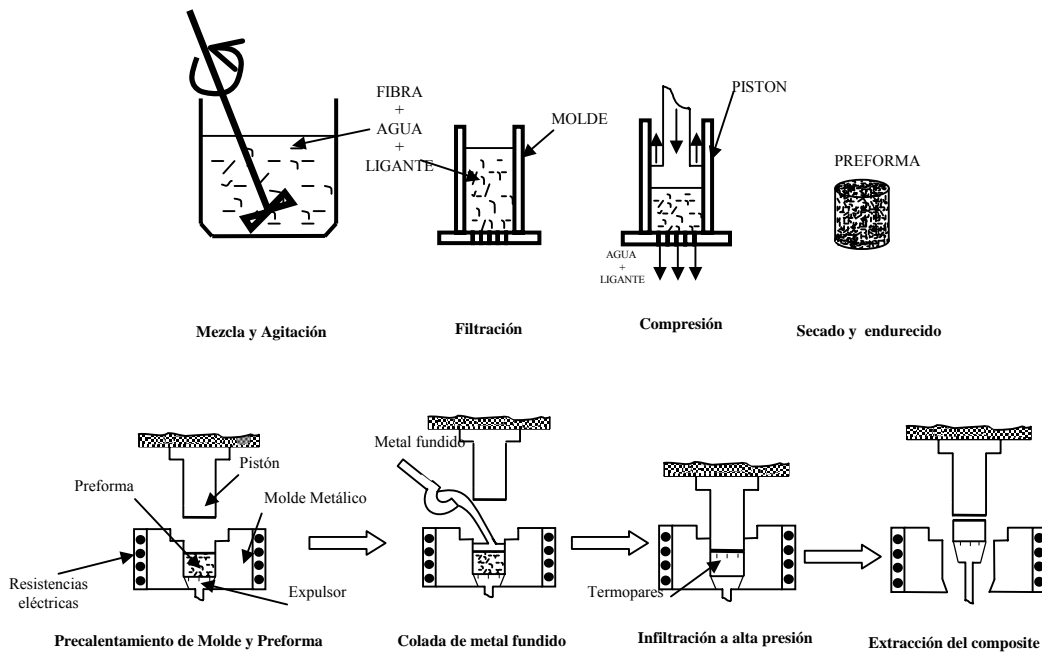
#### **1.4.2.2.- Infiltración de preformas**

Este proceso supone la infiltración de una preforma porosa, del material que constituye el refuerzo, por el metal en estado líquido<sup>110-127</sup>. Éste es el proceso de fabricación de composites de matriz metálica más extendido en el mundo ya que aúna varias ventajas, tales como rapidez, sencilla automatización para producción de grandes series, economía del proceso, posibilidad de añadir un alto porcentaje de refuerzo, adición de refuerzo en partes localizadas de la pieza, nula porosidad, obtención de piezas de forma final, etc... Permite la utilización de matrices como aluminio<sup>110-122</sup>, magnesio<sup>123-125</sup>, cobre<sup>126,127</sup>, aleaciones férreas, etc, y la utilización de refuerzos continuos o discontinuos, incluyendo whiskers, partículas, fibras cortas y fibras largas. Dentro de las diferentes variantes que existen para infiltrar preformas, la mas extendida es el llamado

"squeeze casting" o forja líquida, en el cual, el metal líquido es obligado a llenar los poros de la preforma mediante la utilización de presión mecánica. Este proceso permite solucionar el problema de ausencia de mojabilidad tan importante en otros procesos de fabricación. La aplicación de presión también se ha utilizado para conformado de composites con refuerzo disperso (descrito anteriormente).

El proceso de squeeze casting se desarrolló en un principio para aleaciones no reforzadas, con el fin de conseguir piezas con porosidad cero y propiedades mecánicas similares a aquellas conseguidas mediante procesos de forja. El rápido enfriamiento, provocado por la aplicación de presión, da lugar a microestructuras mucho más refinadas, lo que, junto con la ausencia de porosidad, hace que el tratamiento térmico sea mucho más efectivo que en piezas fabricadas por otros métodos. En el caso de las aleaciones de aluminio, de especial interés en este trabajo, se puede trabajar tanto con aleaciones de fundición como de forja, lo que es una ventaja añadida al proceso. El nivel de propiedades mecánicas conseguido en las piezas de aluminio conformadas por este proceso es superior a las obtenidas mediante procesos de colada por gravedad y similar al proceso de forja, con la ventaja de que el proceso es mucho más barato que éste último y más productivo que el primero.

El proceso completo consta de varias etapas, las cuales están representadas en la Figura 1.10. Primeramente, se fabrica la preforma porosa mediante la mezcla del refuerzo con una determinada proporción de ligante, al que se le da un tratamiento térmico con el fin de conseguir la rigidez necesaria para poder ser posteriormente infiltrada bajo presión sin dañado de la preforma. Dicha preforma es colocada dentro del molde y el metal líquido se vierte sobre ella. Seguidamente, se aplica presión sobre el metal fundido (habitualmente entre 70 y 100MPa), infiltrando éste la preforma. Finalmente, la pieza es extraída del molde, ya sea a través de unos expulsores o con un diseño especial del conjunto molde-pistón. Cabe la posibilidad de incluir un sistema de refrigeración en el utillaje que permita acelerar el proceso de enfriamiento de la pieza y, en el caso de conformado de composites comerciales, evitar el fenómeno de segregación del refuerzo por diferencia de densidades con la aleación matriz.



**Figura 1.10.-** Representación esquemática del proceso de fabricación de preformas e infiltración de las mismas con metal fundido mediante la aplicación de presión (squeeze casting).

Entre los principales parámetros que tienen influencia en el proceso podemos destacar el volumen de poros de la preforma, temperatura de preforma y metal líquido, temperatura del utillaje, presión aplicada, tiempo de aplicación de presión, uso de refrigeración, diseño del molde, etc... Cada uno de ellos se verá con especial detenimiento en el capítulo 2.

Otras variantes de infiltración de preformas incluyen la infiltración a baja presión (aplicación de presión con un gas inerte)<sup>128-131</sup>, infiltración espontánea<sup>132,133</sup>, infiltración por centrifugado<sup>134</sup>, etc..., pero son poco representativas en comparación con el squeeze casting.

### 1.4.2.3.- Otros procesos

#### a) Composites In-Situ

Este es uno de los procesos que más se han desarrollado en los últimos tiempos, con el objetivo de reducir costes derivados de los procesos de adición del refuerzo a la matriz y/o fabricación de preformas, aunque sus primeros desarrollos se llevaron a cabo en la

década de los años 60. En este proceso se trata de hacer crecer la fase reforzante dentro de la propia matriz, lo cual significa que se llega a un sistema mucho más estable termodinámicamente<sup>135-138</sup> a la vez que mejor distribuido y con un tamaño de refuerzo más homogéneo. La nucleación y crecimiento de la fase reforzante se provoca, ya sea mediante la reacción del metal líquido con un metal sólido o cerámico<sup>139,140</sup> (llamado proceso XD, patentado por Martin Marietta Laboratories), o la reacción con un gas inyectado en el metal líquido<sup>140-142</sup> (proceso similar al patentado por Lanxide). A través de estos dos procesos se puede llegar a un porcentaje de refuerzo superior al 50%, aunque está limitado en cuanto a obtención de formas de refuerzo bien controladas, direccionalidad del refuerzo y control de la cinética de crecimiento de fases.

#### **b) Fabricación por plasma**

Este proceso también se denomina proceso Osprey y consiste básicamente en la desintegración energética del material fundido por un gas en gotas del tamaño de micras (atomización), seguido de su deposición en un colector<sup>143-147</sup> (Figura 1.10). Los parámetros más importantes del proceso son: sobrecalentamiento de la aleación fundida, velocidad de flujo del metal, presión del gas, movimiento y altura de la atomización, y movimiento del sustrato. Los gases utilizados para la atomización son generalmente Nitrógeno o Argón.

La principal ventaja de este proceso radica en que se obtienen microestructuras extremadamente finas y con muy baja segregación. No obstante el proceso presenta como principal desventaja la dificultad en el control de todos los parámetros del proceso, sobre todo en cuanto a la oxidación de las partículas metálicas, así como la obtención de materiales muy porosos que habitualmente necesitan un proceso secundario, tal como forja o extrusión. A pesar de ello, existen materiales composites fabricados por este proceso en el mercado, tanto en forma de lingotes como tubos extruídos.



## 1.5.- PRINCIPALES CARACTERÍSTICAS DE LOS CMM

Si tenemos en mente la propia definición de material compuesto como *“aquel material formado por la combinación de dos o más componentes, que se comporta como un conjunto homogéneo y de manera diferente a como se comportaban sus componentes por separado”*, es fácil deducir que la superficie de unión refuerzo-matriz va a jugar un papel fundamental en las propiedades físicas, químicas y mecánicas de material compuesto. La intercara es la zona a través de la cual se van a transmitir los esfuerzos mecánicos, de manera que el refuerzo pueda incrementar efectivamente las propiedades mecánicas de la matriz sin reforzar. El incremento de la rigidez y aumento de resistencia depende fundamentalmente en la transferencia de carga desde la matriz al refuerzo, la tenacidad viene determinada tanto por la deflexión de la grieta en la intercara como por el fenómeno del “pull-out” (aparición de fibras que sobresalen de la superficie de fractura, es decir, que tenían mala unión con la matriz), mientras que la ductilidad está principalmente afectada por la relajación de tensiones en la intercara.

Además, las propiedades físicas del composite también dependen de esta unión no solo en cuanto a la ausencia de discontinuidades (microporosidades, grietas, etc,) sino también a la formación de compuestos (habitualmente óxidos y carburos), formados en la reacción que tiene lugar durante el proceso de fabricación, que puedan tener alguna influencia en la conductividad térmica, eléctrica, etc...

Como se dijo anteriormente, los CMM pueden clasificarse en función del tipo de refuerzo. De esta manera, las propiedades obtenidas por la adición de un refuerzo continuo o discontinuo, y de una u otra naturaleza, van a ser completamente diferentes. Hablando en grandes rasgos, podemos decir que, mientras que los composites con refuerzo continuo son altamente anisótropos y alcanzan elevadas propiedades en la dirección del refuerzo, los composites discontinuos presentan un mayor grado de isotropía en las propiedades pero unas prestaciones algo menores.

En general, se puede decir que los composites con refuerzo discontinuo presentan mejores propiedades mecánicas que sus correspondientes matrices sin reforzar, teniendo

mas rigidez, estabilidad dimensional, propiedades a altas temperaturas, resistencia al desgaste y comportamiento a la fatiga, así como menor coeficiente de dilatación térmico. No obstante, todas ellas dependen principalmente de la naturaleza del refuerzo y del método de fabricación, ya que este último va a influir de manera decisiva en la formación de una intercara débil o fuerte, así como la aparición de compuestos de reacción, debilitamiento del refuerzo por rotura o reacción, etc.

### **1.5.1.- Fenómenos en la intercara**

Ya que tanto las propiedades mecánicas como físicas del material compuesto van a depender fundamentalmente de este parámetro, se le va a prestar una mayor atención en el presente capítulo.

Existen en la bibliografía una gran cantidad de modelizaciones teóricas sobre el comportamiento mecánico y físico de los CMM. Casi todas ellas suponen situaciones ideales en los que el refuerzo y la matriz constituyen un todo uno, transmitiéndose los esfuerzos del uno al otro sin ningún obstáculo. Sin embargo, estas situaciones ideales, como ocurre en la realidad, jamás se cumplen. Esto es básicamente debido, en el caso de los composites, a la diferente naturaleza de los elementos que los constituyen, que da lugar a imperfecciones en la zona de unión, tales como la aparición de tensiones durante el proceso de enfriamiento posterior a su fabricación, ausencia de mojabilidad, reactividad durante el proceso de fabricación, etc. Esta situación no ideal de la intercara, además de suponer una deficiente transmisión de esfuerzos, supone la aparición de puntos de alta probabilidad de rotura y crecimiento de grietas, como son las grietas derivadas de diferencias de dilatación entre fibra y matriz, compuestos de reacción altamente frágiles, puntos preferenciales de ataque químico en las fibras, etc.

La formación de tensiones en la intercara, así como los procesos inelásticos derivados de ellas, puede surgir por diferencias en la contracción térmica, flujo plástico de la matriz así como por la aplicación de una carga externa. Estas tensiones están influenciadas por diversos factores tales como la microestructura de la matriz, propiedades del refuerzo, historial termomecánico del composite, reacción química,

tecnología de procesado, etc. Ello da una idea de lo extremadamente complejo que es el proceso de formación de tensiones y su posterior transformación en procesos inelásticos, entre los cuales podemos destacar los fenómenos de cavitación, propagación de grietas, desunión por cizalla y posterior deslizamiento por la intercara, etc.

Como norma general, en los CMM se persigue una intercara fuerte que permita transmitir esfuerzos. Sin embargo, puede haber ocasiones en las que pueda interesar una intercara frágil, por ejemplo cuando lo que se pretende es incrementar la tenacidad del material (como ocurre con los composites de matriz cerámica). El control de la intercara, por lo tanto, constituye otro elemento más en el que la ingeniería de materiales puede ejercer su control y, de esta manera, alcanzar las propiedades requeridas para una aplicación concreta. Aunque es muy complicado el diseño de una intercara en el que se controlen perfectamente la mojabilidad, así como la naturaleza y cantidad de los productos de reacción que se forman, se ha de hacer un especial hincapié en el control de la cinética de reacción para evitar la formación de gruesas capas de productos de reacción en la intercara y mejorar el contacto fibra-matriz, ya sea mediante la utilización de aleaciones y refuerzos compatibles o por la utilización de revestimientos en los refuerzos.

#### **1.5.1.1. Reactividad**

Las interacciones químicas entre los diferentes componentes de un CMM se hacen efectivas por difusión atómica a través de la intercara. De esta manera, la formación de productos de reacción, así como la degradación que sufren las fibras debido a ella, pueden influir decisivamente en las propiedades mecánicas del material final. No obstante, es comúnmente aceptado que para conseguir una intercara fuerte, en el que matriz y fibra estén en íntimo contacto, la matriz y el refuerzo deben tener un cierto grado de reacción, que no debe en ningún momento ser lo suficientemente elevado como para debilitar el refuerzo, o como para formar gruesas capas de compuestos frágiles. La situación ideal correspondería a aquella en que la reactividad fibra-matriz diera lugar a una fina capa de productos de reacción no frágiles, que permaneciera perfectamente anclada al refuerzo a través de puntos preferenciales de reacción, y que

transfiriera elásticamente los esfuerzos de uno a otro componente. Por otro lado, la formación de una intercara con aumento moderado de volumen puede resultar beneficiosa para la formación de una intercara fuerte, puesto que somete a la fibra a un estado de compresión que puede llegar a absorber los primeros estados de carga, mientras que en el caso contrario, es decir cuando dicha formación supone una contracción de volumen, el resultado puede ser negativo.

Esta unión química se basa en la formación de uniones atómicas entre fibra y matriz por intercambio electrónico, lo que da lugar a la formación de diferentes tipos de unión (enlaces iónicos, covalentes o metálicos) en la zona llamada intercara. La mayor parte de las intercaras de CMM están formadas por óxidos y carburos ( $\text{Al}_4\text{C}_3$ , en el caso del sistema Al/C), sin embargo, como la mayoría de ellos son frágiles, se tiende a evitar en la medida de lo posible la formación de capas muy gruesas. Este problema es especialmente importante en aquellos sistemas en los que la matriz sea altamente reactiva, como son los casos del aluminio y el titanio. En estos casos, es importante poder actuar sobre el diseño de la intercara en varias direcciones:

- Adición de elementos aleantes a la matriz que disminuyan la formación de productos indeseables ó que favorezcan la formación de compuestos dúctiles en la intercara.
- Aplicación de recubrimientos en la superficie del refuerzo que eviten la degradación del refuerzo por reacción con la matriz y/o den lugar a intercaras dúctiles.
- Utilización de barreras de difusión
- Capas de sacrificio

En el caso que concierne a la presente investigación, la formación del carburo de aluminio juega un papel especialmente importante, ya que es un compuesto altamente frágil, de morfología muy irregular, cuya cinética de crecimiento durante el proceso de fabricación es muy rápida, especialmente en aquellos procesos de mezcla en estado líquido, y que da lugar a composites de propiedades muy bajas. Como se verá con mas detenimiento en el capítulo 2, se han hecho un gran número de investigaciones en este sistema para mejorar la intercara, entre los cuales cabe destacar la adición de elementos aleantes tales como silicio, magnesio o litio a la matriz, así como el revestimiento del

refuerzo por una gran cantidad de diferentes compuestos.

En general, todos los CMM son sistemas no estables termodinámicamente, lo cual hace que el sistema tienda al equilibrio mediante el intercambio de potencial químico a través de reacciones en la intercara. La cinética y termodinámica de dicha reacción es función de la temperatura a la cual se lleve a cabo el proceso, que se lleva a cabo no sólo cuando el composite se está fabricando sino también durante su vida en servicio. Cuando el valor de energía libre del proceso ( $\Delta G^\circ$ ) es muy negativo a una determinada temperatura, el proceso está favorecido termodinámicamente, mientras que un valor nulo o positivo de este valor dará como resultado la ausencia de reactividad (-24 kJ/mol en el caso de la reacción entre Al y C para formar  $Al_4C_3$ ). Sin embargo, la cinética del proceso está controlada por la velocidad de la etapa más lenta del proceso. Si dicha etapa controlante es el mecanismo de difusión, es decir la etapa de difusión del componente a través de la capa de reacción, entonces el proceso se regirá por una ley lineal en la que el espesor de la capa de reacción es directamente proporcional al tiempo<sup>148</sup>.

$$x = k t^{1/2} \quad [1.1]$$

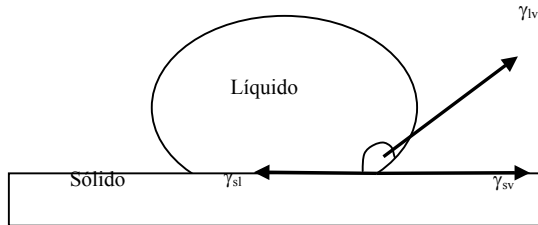
$$k = k_0 \exp(-Q/2RT) \quad [1.2]$$

donde  $x$  es el espesor de la capa de reacción,  $t$  es el tiempo y  $k$  es la constante de velocidad que depende de la energía de activación  $Q$ , la constante de los gases  $R$  y la temperatura  $T$ .

Si el proceso está controlado por la intercara, proceso que tiene lugar en la superficie intercara-refuerzo ó intercara-matriz, y que se da cuando el gradiente de concentración de las especies que difunden es muy grande y la distancia a difundir muy corta, entonces el proceso se regirá por una ley parabólica, donde el crecimiento de la capa de reacción es extremadamente rápido.

### 1.5.1.2. Mojabilidad

La mojabilidad matriz/refuerzo es uno de los factores que más importancia tiene en las propiedades de un composite. Una buena mojabilidad es una condición *sine qua non*



**Figura 1.11.-** Representación esquemática de una gota de líquido sobre un sustrato sólido horizontal.

para la generación de una buena unión fibra-matriz en procesos de fabricación, sobre todo en aquellos basados en la dispersión del agente reforzante en la matriz en estado líquido o en la infiltración de preformas.

La mojabilidad de un sólido por un líquido se puede definir como la facilidad que presenta un líquido para fluir sobre un sustrato sólido. Está definido por el llamado ángulo de contacto “ $\theta$ ”, como se puede ver en la Figura 1.11. Dicho ángulo se relaciona con las tres tensiones superficiales como son  $\gamma_{sv}$ ,  $\gamma_{sl}$  y  $\gamma_{lv}$ , que corresponden a las energías de las intercaras sólido-vapor, sólido-líquido y líquido-vapor, a través de la ecuación

$$\gamma_{lv} \cos \theta = \gamma_{sv} - \gamma_{sl} \quad [1.3]$$

Esta ecuación fue primeramente introducida por Young en 1805, aunque después fue corroborada por Gibbs y Johnson más recientemente<sup>149</sup>. De ella se puede concluir que un líquido moja a una superficie sólida cuando el  $\cos \theta > 0$ , es decir, cuando  $\gamma_{sv} > \gamma_{sl}$ , ó lo que es lo mismo, un sistema moja cuando  $\theta < 90^\circ$ , mientras que no mojará si  $\theta > 90^\circ$ .

En el caso de intercaras sólido-líquido, Dupre definió el trabajo de adhesión ( $W_a$ ) como

$$W_a = \gamma_{sv} + \gamma_{lv} - \gamma_{sl} \quad [1.4]$$

con dimensiones de energía por unidad de superficie, que da idea de la energía necesaria para separar las dos fases en vacío, siendo, por lo tanto, una medida de la resistencia de

la unión entre las dos fases. Si se combinan las ecuaciones 1.3 y 1.4 se llega a

$$W_a = \gamma_{lv} (1 + \cos \theta) \quad [1.5]$$

de donde, sabiendo la tensión superficial  $\gamma_{lv}$ , se puede determinar el trabajo de adhesión líquido-sólido experimentalmente, mediante la medida del ángulo de mojado en un sencillo ensayo llamado “sessile drop”, o por ensayos tensiométricos.

Estos métodos son difíciles de llevar a cabo cuando el sólido está en forma de fibras, partículas, etc. De esta manera, se han desarrollado otro tipo de medidas de la mojabilidad, entre los cuales cabe destacar la infiltración del metal líquido a través de muestras compactadas de estos sólidos<sup>150</sup>. En este caso, se mide la presión de la preforma, que es proporcional al producto  $\gamma_{lv} \cos \theta$ .

En el caso de la infiltración de una preforma porosa, el proceso se puede modelizar suponiendo que la preforma está formada por capilares cilíndricos dentro de los cuales el líquido tiene que penetrar. Por lo tanto, la presión necesaria para hacer mover isotérmicamente a la interfase a lo largo del capilar será  $\Delta P = P_l - P_v$ . De aquí se llega, utilizando el modelo de Gibbs, a la siguiente expresión

$$\Delta P = P_l - P_v \geq -2D_f/r \quad [1.6]$$

donde  $D_f$  se define como la fuerza necesaria para alcanzar la mojabilidad, siendo proporcional a las energías interfaciales sólido-gas y sólido-líquido

$$D_f = \gamma_{sv} - \gamma_{sl} \quad [1.7]$$

La ecuación [1.6] se puede también expresar en función del mínimo tamaño de poro que es penetrado por la fase líquida cuando se aplica una presión

$$r = -2D_f/\Delta P \quad [1.8]$$

Sin embargo, esta teórica mínima presión que hay que aplicar para infiltrar la preforma es mucho mayor en la experiencia, debido a un gran número de factores que influyen en el proceso, entre los cuales podemos destacar la existencia de estrangulaciones en los capilares, la viscosidad  $\eta$  del metal líquido, la diferencia de temperaturas entre preforma y metal, heterogeneidades del metal y la preforma, etc.

Toda medida experimental de la mojabilidad requiere un estricto control de las condiciones en las que se realiza el ensayo, sobre todo aquellas relacionadas con la superficie del sólido, el líquido y la atmósfera en contacto con ambos. Cualquier heterogeneidad debido a la rugosidad, heterogeneidades de composición o defectos químicos en el sustrato, puede inducir al error en el cálculo de las energías sólido-vapor y sólido-líquido<sup>151</sup>.

La mojabilidad de un sólido no metálico por un metal líquido depende de dos factores fundamentales, cuya contribución al trabajo de adhesión (ecuación 1.5) será muy diferente en el caso en el que esté en una sistema reactivo o no reactivo, y que son debidos a interacciones físicas e interacciones químicas<sup>152</sup>.

Se puede decir que un líquido moja la superficie de un sólido si la energía de las uniones es superior a la tensión superficial del líquido. En el caso de los metales líquidos la tensión superficial es del orden  $1000 \text{ mJm}^{-2}$  (1050 en el caso del aluminio puro<sup>149</sup>).

⇒ Interacciones físicas

Constituyen la mayor contribución al trabajo de adhesión en sistemas no reactivos, es decir, en sistemas en los que no hay ninguna reactividad química entre el metal y el sustrato a la temperatura del proceso.

Estas interacciones físicas son débiles fuerzas de Van der Waals, cuya mayor contribución viene de las fuerzas de dispersión, es decir, aquellas fuerzas de atracción entre un dipolo instantáneo y los dipolos que éste induce en su vecindad. Esta



contribución se puede calcular a través de la fórmula de London<sup>149</sup>, que tiene en cuenta potenciales de ionización de los átomos, su polarizabilidad y la distancia entre átomos. En general, se puede decir que el trabajo de adhesión en un sistema metal-líquido se puede definir como<sup>152</sup>

$$W_a = W_a^{\text{ch}} + W_a^{\text{vdW}} \quad [1.9]$$

donde los términos  $W_a^{\text{ch}}$  y  $W_a^{\text{vdW}}$  están relacionados con interacciones químicas y de Van der Waals en la intercara metal/substrato. Sin embargo, en el caso de los sistemas reactivos, el segundo término es despreciable, lo que significa que en dichos sistemas la unión se hace por interacción química, siendo despreciables las fuerzas de Van der Waals.

⇒ Interacciones químicas

Constituyen la principal contribución al trabajo de adhesión metal-substrato en aquellos sistemas en los que existe una interacción de tipo químico entre ambos componentes. En estos sistemas la energía debido a la interacción física también tiene su contribución, aunque su importancia relativa es mucho menor.

Si consideramos la interacción química entre dos especies (A y B) para formar una tercera ( $A_mB_n$ ), se dice que la contribución al trabajo de adhesión por la formación de dicho compuesto depende del cambio de energía libre standard de la reacción, y del número de especies (A,B y  $A_mB_n$ ) por unidad de superficie. Naidich<sup>153</sup> propuso una fórmula para calcular la mojabilidad en un sistema reactivo

$$\gamma_{sl} = \gamma_{sl}^0 + \Delta G_{sl} / A_{sl} \quad [1.10]$$

donde  $A_{sl}$  es el área de la intercara,  $\gamma_{sl}^0$  es la energía inicial de la intercara entre el sólido y el líquido en ausencia de reacción química, y  $\Delta G_{sl}$  ( $<0$ ) es la energía libre de Gibbs liberada durante la reacción química. No obstante, otros autores han propuesto una variación de la anterior ecuación en la que se tiene en cuenta la intercara

metal/compuesto químico formado en la intercara, en lugar de una intercara metal/sustrato.

El carbono no es mojado por los metales en estado líquido. Algunos autores defienden que dicha mojabilidad no depende en gran medida de la forma cristalográfica del carbón, grafito o diamante<sup>149</sup>, pero otros defienden totalmente lo contrario, relacionando la mayor o menor reactividad de diferentes tipos de fibra con el número de sitios activos dentro de la cadena de enlaces del carbono<sup>158</sup>. No obstante, como norma general se puede decir que el sistema C/Al no moja. Sin embargo, la formación de carburos hace que el trabajo de adhesión alcance valores que oscilan entre 1000 y 1200 mJm<sup>-2</sup>, lo que indica la importante contribución de la interacción química a la unión entre ambos componentes (en el caso de metales más reactivos, como los metales de transición, éste trabajo de adhesión aumenta hasta los 3000 mJm<sup>-2</sup>). *La mojabilidad C/Al no existe por debajo de 1173 K, siendo el ángulo de contacto menor a medida que la temperatura aumenta. Este fenómeno es principalmente debido a que el carbono está en contacto con una capa de óxido de aluminio en vez de estarlo directamente con el aluminio.* El carbono no puede atravesar dicha barrera, pero puede facilitarse su penetración aumentando la temperatura o añadiendo elementos aleantes a la matriz que puedan debilitar dicha capa de alúmina<sup>154</sup>.

Existen varios métodos que son comúnmente utilizados para mejorar la mojabilidad de un sistema que no es mojado. De entre ellos podemos destacar

- i) *Aumentar la temperatura del metal líquido.*- Varios trabajos se han centrado en el estudio de la variación del ángulo  $\theta$  con respecto a la temperatura. La mayoría de ellos se centran en el sistema C/Al<sup>151,155,156</sup>, que es el que más profusamente se ha tratado en la literatura. Sin embargo, en este sistema, un aumento descontrolado de la temperatura podría provocar la formación de una gruesa capa de carburos de aluminio de elevada fragilidad que podría disminuir las propiedades del composite.
- ii) *Aumentar el tiempo de contacto.*- Algunos sistemas se comportan de manera que al aumentar el tiempo de contacto se mejora el ángulo de mojado. Un ejemplo de estos sistemas lo constituye, de nuevo, el sistema C/Al.

- iii) *Añadir ciertos elementos aleantes a la matriz.*- Como antes se ha comentado, ciertos elementos aleantes pueden mejorar la mojabilidad en un determinado sistema, como por ejemplo el magnesio en los sistemas Al/C y Al/SiC o el cromo en el sistema Cu/C. El efecto de estos elementos aleantes es principalmente romper la capa de óxido metálico que impide al metal líquido entrar en contacto con el refuerzo. Como el magnesio reduce la tensión superficial del aluminio, éste se encuentra principalmente en la superficie entre el metal y el sustrato. Por lo tanto, reducirá la energía interfacial sólido-líquido por segregación de Mg en la intercara y por formación de espinelas ( $\text{Mg}_2\text{AlO}_4$ ) en dicha zona<sup>157</sup>.
- iv) *Aumentar el término  $\gamma_{sv}$  en la ecuación 1.3.*- Como se ha señalado anteriormente, se dice que un sistema moja cuando  $\cos\theta = 0$ , o lo que es lo mismo, cuando  $\gamma_{sv} > \gamma_{sl}$ . *Determinados tratamientos térmicos aplicados a fibras (comúnmente sobre fibras de carbono) crean defectos superficiales en las mismas. Estos defectos aumentan el término  $\gamma_{sv}$ , lo cual favorece la mojabilidad del sistema. Por otro lado, dichos defectos actúan como sitios de anclaje mecánico de la matriz, mejorando de esta manera su unión. Estos tratamientos térmicos (en ocasiones denominados mordentado gaseoso) han de ser aplicados con sumo cuidado, puesto que pueden disminuir las propiedades del composite por degradación de la fibra.*
- v) *Revestimiento del refuerzo.*- Como se verá en capítulos posteriores, ésta es una de las principales vías para mejorar el contacto entre metales líquidos y sustratos, siendo, además, de especial importancia en la presente investigación. Habitualmente, los fabricantes de fibra de carbono dan un acabado superficial a las mismas con un revestimiento polimérico (también llamado “sizing”) que las hace altamente compatibles con matrices poliméricas en la fabricación de composites de matriz orgánica. En el caso de la fabricación de composites de matriz metálica, el revestimiento comercial de la fibra (sizing) debe ser eliminado para evitar reacciones indeseables con la matriz metálica durante el proceso de fabricación. Sin embargo, un revestimiento posterior en la superficie de la matriz que haga que la fibra tenga en su superficie un  $\gamma_{sv}$  intermedia entre la fibra y la matriz mejorará la fortaleza de la intercara. Dicho revestimiento del refuerzo no sólo mejora la mojabilidad sino que también evita una excesiva reactividad entre ambos componentes. No obstante, el revestimiento utilizado debe formar una intercara que produzca esfuerzos residuales

de compresión en la fibra y nunca de tensión.

La adopción de uno o varios métodos para mejorar el contacto metal/substrato dependerá principalmente del proceso de fabricación que se va a llevar a cabo y, sobre todo, de la relación coste final/propiedades, derivada de su aplicación a un sistema en concreto.

### **1.5.2. Propiedades Mecánicas**

El comportamiento mecánico de un material compuesto está influido por un enorme número de variables, entre los que cabe destacar principalmente el tipo de refuerzo y matriz utilizada, método de fabricación, procesos secundarios como forja o extrusión, así como por los tratamientos térmicos. No obstante, de manera general, la mayor diferencia en cuanto a comportamiento mecánico se refiere entre los CMM, estriba en la diferencia entre materiales compuestos con refuerzo continuo o discontinuo.

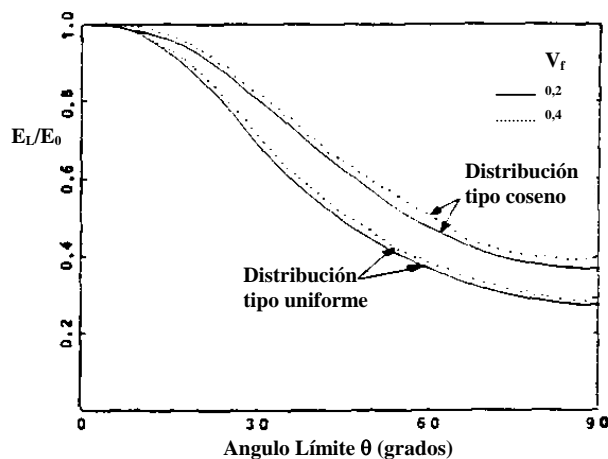
#### **1.5.2.1.- Rigidez**

La rigidez de un composite se mide generalmente a través del módulo de elasticidad. Debido a la gran anisotropía de los CMM, el módulo de elasticidad dependerá en gran medida de la manera en que sea medido. Así, por ejemplo, en composites reforzados con partículas, el módulo determinado dinámicamente suele ser superior al determinado a partir de la curva tensión-deformación en un ensayo de tracción, y éste suele a su vez ser superior al módulo obtenido a través de un ensayo de compresión. Ello es debido principalmente a la existencia de tensiones residuales en la intercara por diferencias en el coeficiente de expansión entre ambos componentes del composite. Esta situación de deformación plástica hace que, al empezar a realizarse el ensayo, la muestra se deforme plásticamente, lo que da lugar un menor valor en comparación con un ensayo dinámico cuando el módulo se mide desde la parte inicial de la curva.

En el caso de materiales compuestos continuos unidireccionales, el valor teórico del módulo de Young se calcula a partir de la sencilla regla de las mezclas

$$E_c = E_m \cdot V_m + E_r \cdot V_r \quad [1.11]$$

que tiene en cuenta el módulo de matriz y refuerzo en función del porcentaje en volumen de cada uno de ellos en el composite. Valores teóricos así calculados suelen ser muy similares a los valores experimentales, siempre y cuando se cumpla que la fibra esté alineada en la dirección de la carga, que no esté deteriorada por el proceso de fabricación y que no haya una excesiva presencia de productos reactivos frágiles en la intercara. El valor del módulo en composites continuos reforzados en varias direcciones sufre una importante reducción en comparación con los unidireccionales, aunque la mayor reducción la sufren éstos últimos en la dirección perpendicular al refuerzo.

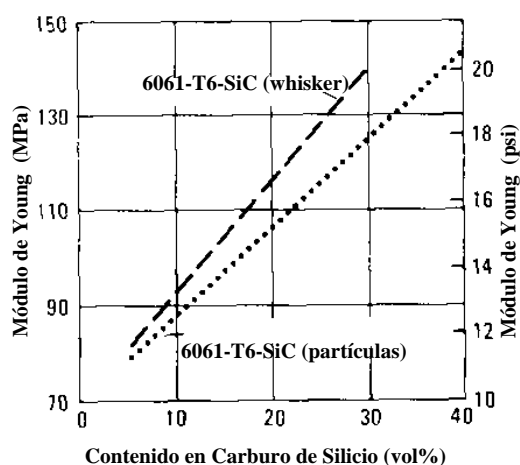


**Figura 1.12.-** Variación del módulo de elasticidad en función de la desorientación de la fibra. Ref. 174.

La mejora que un composite experimenta en su módulo depende de muchos factores, aumentando éste sistemáticamente a medida que aumenta el volumen de fibra, en el caso de una perfecta alineación del refuerzo en la dirección de la carga, y que haya una perfecta transferencia de carga entre refuerzo y matriz. Sin embargo, este valor es muy dependiente del factor de forma (que tiene en cuenta el diámetro y la longitud) del refuerzo<sup>160</sup>, así como del alineamiento del mismo, en el caso de composites discontinuos.

La Figura 1.12 muestra la variación del módulo en función del ángulo de desorientación de la fibra para dos tipos de distribución, llegando a un mínimo valor cuando dicho ángulo es 90°. Este fenómeno es especialmente importante en aquellos composites discontinuos fabricados ya sea por pulvimetalurgia, stir-casting y sus variaciones, o infiltración de preformas con distribución del refuerzo al azar en el plano ("random planar"), lo que es especialmente relevante en la presente investigación. Varios trabajos

han demostrado cómo este fenómeno de desalineamiento tiene una gran importancia en las propiedades del composite, siendo ésta incluso mayor que la de la relación longitud a diámetro (“aspect ratio”,  $L_0/d$ )<sup>160</sup>. Hack y colaboradores<sup>161</sup> demostraron experimentalmente en un composite de magnesio reforzado con un 33% en volumen de fibra de alúmina y fabricado mediante infiltración de preformas, que el módulo disminuía desde un valor de 149 hasta 90 GPa cuando el ángulo de desorientación aumentaba hasta 45°. Similares comportamientos se observaron en la resistencia a tracción y fatiga.



**Figura 1.13.-** Variación del módulo de Young en función del refuerzo para composites discontinuos extruidos. Ref. 162.

Debido a ello, es habitual someter a los composites discontinuos a procesos secundarios tales como forja o laminación, con el fin de orientar la fibra y, así, obtener un aumento de la rigidez en el sentido deseado. A través de procesos secundarios como la extrusión, además de alinear la fibra en la dirección de extrusión, se rompen óxidos creados durante el proceso de fabricación a la vez que se mejora la unión fibra-matriz<sup>162</sup>. Sin embargo, se han de

controlar estrechamente todos los parámetros del proceso para evitar una excesiva rotura de fibra.

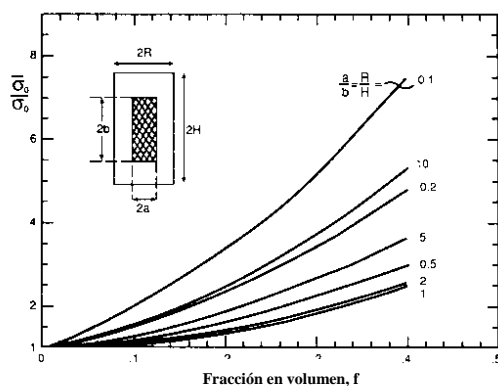
El factor de forma ( $L_0/d$ ) tiene también una especial importancia en la rigidez de los materiales compuestos. Se ha demostrado que para alcanzar en el composite una rigidez similar a la que se alcanzaría con una fibra continua (el 90% de la misma) se necesita una longitud igual o mayor a cuatro veces la longitud crítica de la fibra<sup>163</sup>. En el modelo de Cox se define como longitud crítica ( $l_c$ ) de fibra a aquella longitud a la cual la fibra alcanza cerca de los extremos el 90% de la máxima deformación en una fibra larga. Esta  $l_c$  es diferente para cada composite y depende directamente de los módulos de fibra y matriz, fracción volumétrica de fibra y diámetro de la misma, suponiendo que la unión

en la intercara del composite es buena.

Existe una enorme dispersión de datos en lo referente al módulo de Young, incluso cuando se trata de trabajos llevados a cabo por diferentes autores con el mismo tipo de materiales. Este fenómeno es una situación común en este tipo de materiales tan heterogéneos y con tanta variación en cuanto a componentes, formas, tamaños y rutas de fabricación. De esta manera, hay autores que aseguran que el módulo es independiente del tamaño de las partículas en composites Al/SiC<sup>159</sup> o independiente también de la forma del refuerzo y su alineamiento con la dirección de carga. Sin embargo, otros autores defienden que el aumento en módulo está directamente relacionado con el tipo de refuerzo usado, como se puede ver en la Figura 1.13, donde se observa que el aumento en módulo de Young es diferente cuando se utilizan whiskers o partículas.

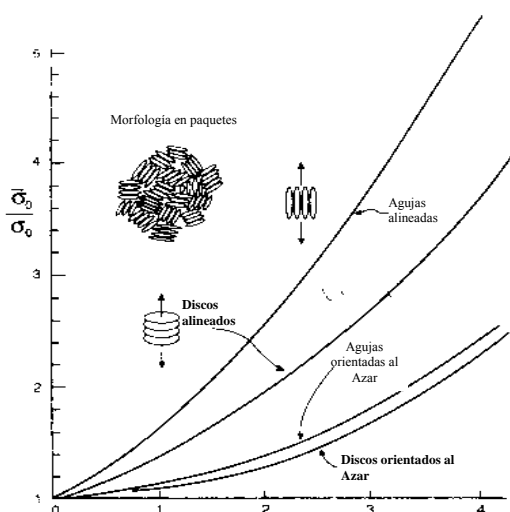
### 1.5.2.2.- Comportamiento a tracción

Las propiedades a tracción que exhiben los CMM son muy diferentes cuando se trata de refuerzos discontinuos o continuos y, en especial, cuando la carga se ejerce en el mismo sentido o en dirección perpendicular al eje de las fibras. Otros factores relacionados con el refuerzo que influyen decisivamente en las propiedades a tracción del composite son la fracción volumétrica de reforzante, espaciado entre diferentes partículas o fibras y el factor de forma ( $L_0/d$ ).



**Figura 1.14.-** Influencia del factor de forma en la eficiencia del refuerzo. Ref. 164.

En el caso de los composites discontinuos, se podría pensar que las propiedades son isotrópicas, por lo tanto se podría considerar que este tipo de composites se comporta aproximadamente igual que los metales no reforzados. Sin embargo, esta suposición está muy lejos de ser completamente cierta, ya que existe una gran cantidad de factores que influyen en el



**Figura 1.15.-** Tensión de fluencia uniaxial para agujas elipsoidales ( $L_0/d=0.1$ ) y discos ( $L_0/d=1$ ) en una matriz elástica-plástica perfecta. Ref. 164.

comportamiento final del material y que le hacen diferente de aquellos materiales no reforzados, como son la influencia de la reactividad fibra-matriz, rotura del refuerzo, posibles formaciones de acumulaciones de fibras o partículas, etc...

Todos los modelos teóricos de comportamiento mecánico de composites con refuerzos discontinuo, utilizan aproximaciones en las que suponen una perfecta alineación del

refuerzo en la dirección de carga, una distribución del refuerzo perfectamente homogénea y una buena unión fibra-matriz. Bao y colaboradores<sup>164</sup> demostraron, a través del modelo de celdas, que el efecto reforzante depende del factor de forma, siendo apenas inapreciable dicho efecto reforzante en partículas esféricas ( $L_0/d = 1$ ) y mucho mayor en el caso de cilindros ( $L_0/d = 0.1$ ), como se puede apreciar en la Figura 1.14.

Sin embargo, cuando se trata de composites con refuerzo distribuido al azar no existen modelizaciones teóricas que den lugar a valores fiables. De hecho, es la situación que menos se ha estudiado y que más complicaciones presenta a la hora de modelizarse. No obstante, a través de aproximaciones, como la llamada “packet morphology” o morfología en paquetes modelizada por Bao y colaboradores<sup>164</sup>, se llega a una idea bastante aproximada de que el efecto reforzante deja de ser efectivo cuando la fibra o partícula está desalineada con respecto al eje de carga. La Figura 1.15 muestra esta situación claramente, viéndose que las curvas correspondientes a refuerzos no alineados están muy por debajo de lo que cabría esperar del mismo tipo de refuerzo alineado en la dirección de carga.

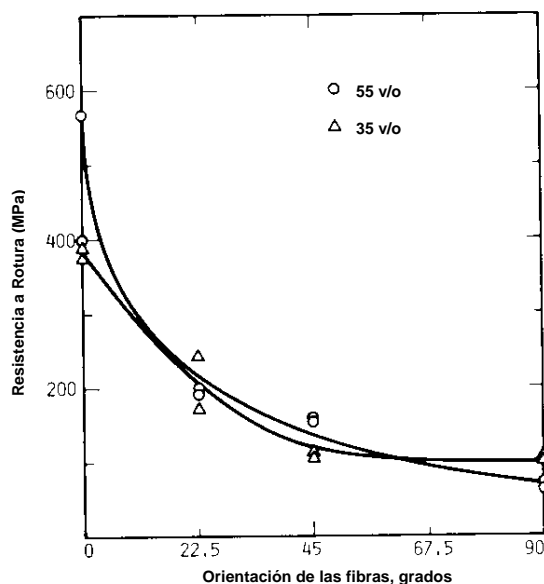


En el caso de composites con refuerzo continuo el desalineamiento de la fibra respecto a la dirección de carga, de nuevo, juega un papel muy importante. De hecho, las propiedades en la dirección transversal de un composite con refuerzo unidireccional están controladas por la matriz, en lugar de por el refuerzo que se le añade. La Figura 1.16 muestra la disminución de propiedades de un composite  $Mg/Al_2O_3$  con dos fracciones diferentes de refuerzo. En este caso, la resistencia a rotura cae incluso por debajo de la de la matriz sin reforzar cuando el ángulo de desalineamiento está entre 45 y 90°. En el caso del límite elástico la caída puede llegar a ser mas dramática incluso, ya que la diferencia puede estribar en un orden de magnitud.

En los composites unidireccionales la resistencia a tracción seguiría la ley de las mezclas si las deformaciones a rotura de ambos componentes del composite fueran iguales. Sin embargo, este hipotético caso nunca se cumple, por lo que el cálculo se debería llevar a cabo a través de la ecuación

$$\sigma_I = V_f \sigma_f + V_m \sigma'_m \quad [1.12]$$

donde  $\sigma'_m$  es la tensión a la cual la matriz sufre una deformación igual que la que experimentan las fibras a rotura.

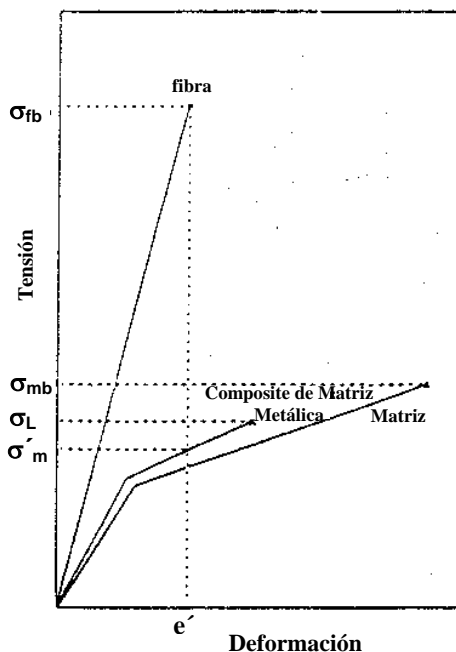


**Figura 1.16.-** Efecto de la orientación de fibra en la resistencia a tracción de un composite  $Mg/Al_2O_3$  con dos fracciones volumétricas de refuerzo diferentes. Ref. 161.

Para bajos contenidos en fibras la resistencia del composite viene controlada por la matriz, de manera que la ecuación 1.12 se debe modificar eliminando el primer término debido a la fibra y cambiando el  $\sigma'_m$  por la resistencia a rotura de la matriz. Si la fracción volumétrica de fibras es baja, es posible que la resistencia, calculada siguiendo la fórmula anterior, sea menor que la de la matriz sin reforzar (Figura 1.16).

A través de varios trabajos se ha demostrado que el aumento de la resistencia a tracción de un composite discontinuo, debido a la adición de refuerzo, es tanto menor cuanto mayor es la resistencia de la matriz sin reforzar. Dicha resistencia a tracción es tanto mayor cuanto mayor es el contenido en refuerzo para el mismo tipo de composites, aunque, para el sistema C/Al, con una distribución de fibras al azar en el plano, existe solamente un límite estrecho de fracción de refuerzo dentro del cual podemos conseguir un óptimo aumento en propiedades<sup>165</sup>.

Normalmente, la ductilidad de un composite decae a medida que se aumenta la fracción volumétrica de refuerzo dentro de la matriz. No obstante, hay varios factores importantes que afectan a dicha ductilidad, a través de los cuales se puede llegar a una importante mejora de este aspecto. Entre ellos, cabe destacar la homogeneidad del



**Figura 1.17.-** Curva tensión-deformación en un ensayo de tracción para un composite con bajo contenido de refuerzo.

reparto del refuerzo y del tamaño de partículas, así como procesos secundarios tales como forja, laminado o extrusión. A través de procesos de deformación se disminuye el contenido en poros, se mejora la unión fibra-matriz y se rompen óxidos e inclusiones, a la vez que se mejora la uniformidad del reparto y se direccionan las fibras en el sentido deseado. Todos estos efectos tienen consecuencia directa sobre la ductilidad del composite, aunque en estos casos es fundamental hacer un tratamiento térmico de envejecimiento, posterior al proceso de deformación, que relaje las tensiones creadas en la intercara y en la propia matriz.

Los tratamientos térmicos juegan un papel importante no solo en cuanto a la ductilidad del composite, sino también en cuanto a resistencia a rotura y tenacidad del material. La formación de precipitados frágiles en la matriz producidos durante la fabricación del

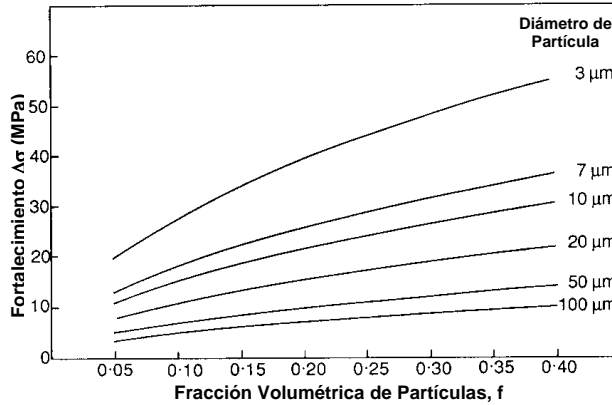
composite tienen influencia negativa en las propiedades, por lo que un tratamiento térmico de solubilización seguido de temple y envejecimiento pueden mejorar tanto la resistencia a rotura como la ductilidad del composite. Se ha comprobado que el mecanismo de fractura de un composite reforzado con partículas de carburo de silicio puede cambiar desde la rotura a través de las partículas en muestras sin envejecer, hasta la rotura a través de la intercara en muestras sobreenviejecidas que han formado productos de precipitación en dicha zona. Este fenómeno se da preferentemente en zonas de acumulaciones de partículas (“clusters”), lo que de nuevo pone de manifiesto la importancia de una buena distribución del refuerzo.

Otro de los aspectos fundamentales a tener en cuenta para la consecución de mejores propiedades mecánicas es el proceso de fabricación. La introducción de impurezas, formación de óxidos, aparición de fases frágiles en la intercara por reacción fibra-matriz, diferencias de dilatación térmica entre fibra y matriz, formación de acumulaciones de refuerzo en puntos localizados, etc..., son algunos de los muchos aspectos que vienen determinados por el proceso de fabricación. El perfecto control de todos ellos es una tarea muy complicada, por lo que siempre se tiende a minimizar todos los efectos negativos en la medida de lo posible, actuando sobre los diferentes parámetros del proceso, como puede ser temperatura de la aleación, tiempo de contacto fibra-matriz a altas temperaturas, etc.

El aumento de la resistencia a tracción de composites discontinuos depende en gran manera también del tipo de refuerzo añadido a la matriz, siendo muy moderado en el caso de partículas o fibras cortas no alineadas en la dirección de ensayo, y mayor en el caso de tratarse de whiskers o fibras alineadas.

En el caso de partículas, también se ha comprobado que el tamaño influye en la mejora en propiedades que se obtienen (Figura 1.18). Esta mejora viene estrechamente relacionada con la densidad de dislocaciones que se forman en el composite, la cual puede ser calculada a través de la expresión<sup>167</sup>

$$\Delta\rho = 12 \frac{\Delta\alpha\Delta TN A}{b} \quad [1.13]$$



**Figura 1.18.-** Efecto del tamaño de partícula y porcentaje de refuerzo con la mejora de resistencia en el composite. Ref. 166.

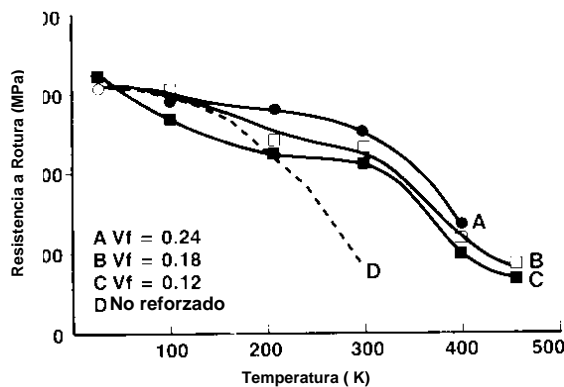
donde  $\Delta\alpha\Delta T$  es la deformación generada por diferencia en coeficientes de expansión térmico entre matriz y refuerzo al aumentar la temperatura,  $N$  es el número de partículas,  $b$  es el vector de burgers y  $A$  es el área total de cada partícula. Esta misma expresión se ha calculado suponiendo que las partículas tuvieran una forma cúbica<sup>166</sup>

$$\Delta\rho = 12 \frac{\Delta\alpha\Delta T f}{bd} \quad [1.14]$$

donde  $d$  es el tamaño de la partícula y  $f$  es la fracción volumétrica de refuerzo. El número de dislocaciones generadas también disminuye a medida que la partícula se hace más esférica.

Por otra parte, la presencia de partículas en un metal provoca una disminución del tamaño de grano en la microestructura de la matriz en ocasiones bastante acusado, lo que influye de manera importante también en las propiedades a tracción.

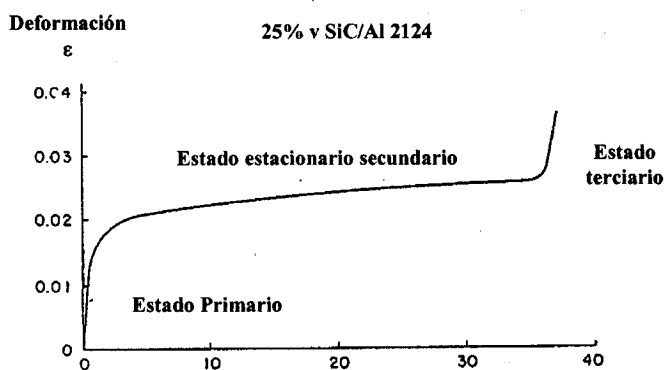
En general se puede decir que, a diferencia de un composite reforzado con fibra continua, donde la mejora de resistencia, tanto a temperatura ambiente como elevada, en la dirección longitudinal al refuerzo es evidente, los composites con refuerzo discontinuo presentan una mejora notable respecto al metal no reforzado en resistencia a tracción a alta temperatura, mientras que a temperatura ambiente dicha mejora es ligera, siendo incluso negativa en ocasiones. Esto básicamente es debido a la refractariedad y nula ductilidad de los refuerzos, que permite una menor deformación del composite a



**Figura 1.19.-** Efecto de la temperatura en la resistencia a tracción de un material compuesto SiCp/Al-9Si-3Cu. Ref. 168

considerada como uno de los aspectos más positivos a tener en cuenta de los CMM en comparación con los metales no reforzados. La adición de un material cerámico resistente a la fluencia o, incluso, que no fluye, reduce tanto la deformación como la velocidad de deformación a altas temperaturas de los metales. Normalmente, para una tensión aplicada dada, el composite exhibe una velocidad de fluencia mucho menor (diez veces) que la de la matriz sin reforzar.

La Figura 1.20 muestra una curva típica de un composite ensayado a fluencia a 573 K.



**Figura 1.20.-** Típica curva de deformación a fluencia frente al tiempo en un composite discontinuo de matriz aluminio reforzado con whiskers de SiC. Ref. 171.

temperatura de ensayo.

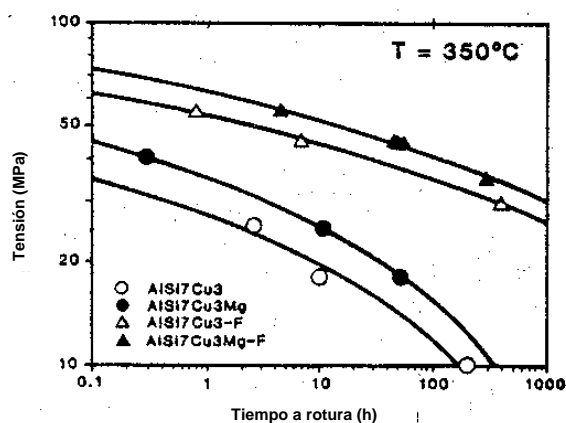
En la Figura 1.21 se puede observar este fenómeno en dos composites de matriz de

temperaturas donde la matriz sin refuerzo no podría ser utilizada (Figura 1.19) Este fenómeno también tiene incidencia en el módulo de Young y límite elástico.

### 1.5.2.3.- Fluencia

La mejora en el comportamiento a fluencia a alta temperatura es

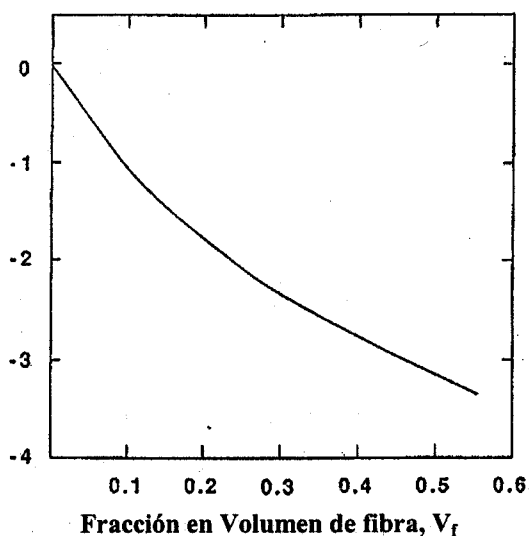
La curva muestra los típicos tres estados de un composite (estado primario, estado estacionario secundario y estado terciario). Los dos parámetros fundamentales de este tipo de ensayos son la velocidad mínima de fluencia ( $\epsilon_c$ ) y la tensión aplicada ( $\sigma_c$ ), estudiándose ambos parámetros en función de la



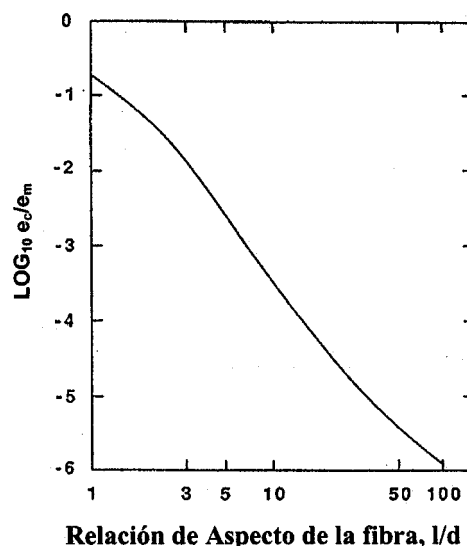
**Figura 1.21.-** Dependencia de la tensión aplicada en la vida a fluencia de aleaciones de fundición (AlSi7Cu y Al7SiCu3Mg) y sus correspondientes composites reforzados con fibra corta de alúmina. Ref. 170.

aluminio y sus correspondientes matrices sin reforzar, sometidos a un ensayo de fluencia a 623 K. La deformación a fluencia de ambos composites se reduce desde un 20% para la aleación sin reforzar hasta un 3,5% en el composite incluso para valores de carga dos veces y media superiores, a la vez que la velocidad de fluencia disminuye en dos órdenes de magnitud.

Se han hecho un gran número de trabajos de modelización del comportamiento de composites sometidos a fluencia a alta temperatura. Para composites reforzados con fibra corta la mayoría de estos trabajos están basados en los modelos “shear lag” y de Eshelby. Con ellos se ha podido examinar el efecto tanto de la fracción volumétrica de fibra así como del factor de forma ( $L/d_0$ ). Figuras 1.22 y 1.23 muestran que la velocidad de fluencia está fuertemente influenciada



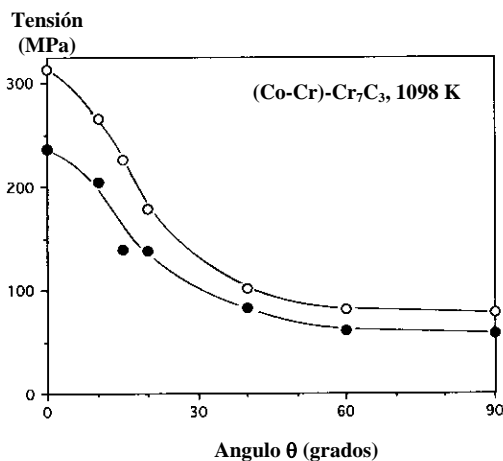
**Figura 1.22.-** Dependencia de la velocidad de fluencia de un composite reforzado con fibra corta con la fracción de refuerzo. Ref. 171.



**Figura 1.23.-** Dependencia de la velocidad de fluencia de un composite reforzado con fibra corta con el factor de forma ( $L_0/d$ ). Ref. 171.

por ambos factores, siendo menor a medida que aumentan ambos<sup>171</sup>. Sin embargo, otro tipo de factores como son la desunión parcial entre fibra y matriz, formación de elevadas concentraciones de tensiones residuales, deslizamiento interfacial, rotura de fibra, así como la nucleación y crecimiento de grietas y huecos, pueden derivar en un importante aumento de la velocidad y deformación a fluencia de un composite<sup>171</sup>. De entre ellos tiene especial importancia la rotura de fibras, que deriva en una menor relación  $L_0/d$ , lo que da lugar a una respuesta mucho peor a fluencia.

Como ocurría con las propiedades mecánicas anteriormente expuestas, el mejor comportamiento a fluencia de entre los CMM corresponde a aquellos reforzados con fibra continua y ensayados en la misma dirección del refuerzo. Al igual que en el anterior apartado ocurría con el comportamiento a tracción, la resistencia a fluencia está fuertemente influenciada por el desalineamiento de la fibra, especialmente cuando se trata de composites unidireccionales continuos, no teniendo tanta incidencia en discontinuos. Esta marcada influencia se puede observar en la Figura 1.24, donde la tensión necesaria para inducir una velocidad constante de fluencia en un composite ensayado a 1098 K, se ve rebajada en un tercio con tan solo un desalineamiento de la fibra respecto al eje de ensayo de 15°.



**Figura 1.24.-** Tensión necesaria para inducir una velocidad constante de fluencia en un composite en función del ángulo de desalineamiento de la fibra respecto al eje de carga. Ref. 172.

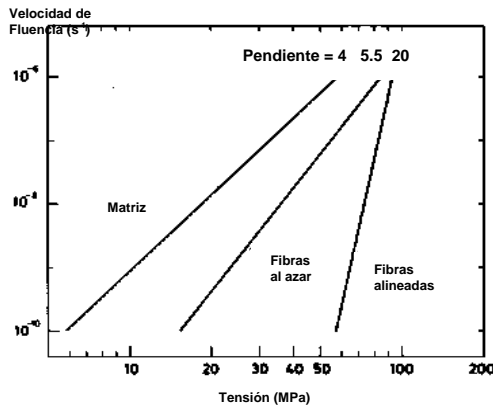
El desalineamiento de la fibra con respecto al eje de carga da lugar a la aparición de componentes de tensión que dan lugar a deformaciones en la matriz, dando lugar a una mayor velocidad de fluencia.

McLean<sup>173</sup> modelizó el comportamiento a fluencia de composites continuos y discontinuos, con refuerzos tanto en la dirección de la carga como desalineados.

En el caso de composites con refuerzo discontinuo completamente al azar obtuvo la siguiente expresión

$$\sigma_{av} = \frac{2}{\pi} \int_0^{\frac{\pi}{2}} \alpha(\theta) d\theta \quad [1.15]$$

a partir de la cual se puede deducir el diagrama de la Figura 1.25, donde se predice una importante mejora en el comportamiento a fluencia para dichos composites en



**Figura 1.25.-** Comparación de velocidad de fluencia calculada en función de la tensión para composites de Al 6061-20%SiC con fibra orientada al azar y datos experimentales del mismo composite con fibra alineada. Ref. 173.

comparación con la matriz sin reforzar y mucho menor que el mismo composite con el refuerzo alineado con el eje de carga.

#### 1.5.2.4.- Ciclado Térmico

Existe una gran cantidad de componentes industriales que se ven sometidos a ciclado térmico durante su vida en servicio, es decir que la temperatura en servicio fluctúa cíclicamente entre

unas temperaturas máxima y mínima ( $T_{min}^a$  y  $T_{max}^a$ ). Por lo tanto, otra de las características principales a alta temperatura de los composites de matriz metálica debe ser el comportamiento al ciclado térmico. Sin embargo, el comportamiento de los composites de matriz metálica ante tal sollicitación a altas temperaturas tiende a ser deficiente, dando lugar a una seria degradación de sus propiedades en la mayoría de los sistemas fibra-matriz.

La mayoría de los CMM presentan grandes diferencias entre los coeficientes de dilatación de la matriz y el refuerzo, ya que el refuerzo es generalmente un cerámico que tiende a tener una dilatación casi nula, cuando no negativa en ocasiones. Este hecho hace que se genere un estado de tensiones y deformaciones muy elevado después del proceso de fabricación, principalmente en la zona de la intercara. De esta manera, se ha evidenciado en numerosos trabajos la existencia de grandes diferencias entre el límite elástico a compresión y a tracción, la presencia de elevada densidad de dislocaciones o,



incluso, presencia de deformación elástica residual en algunos composites reforzados con partículas de SiC. Así, cuando el composite se ve sometido a ciclado térmico, la aparición de grietas en la intercara, o la degradación en general, se ve acelerada.

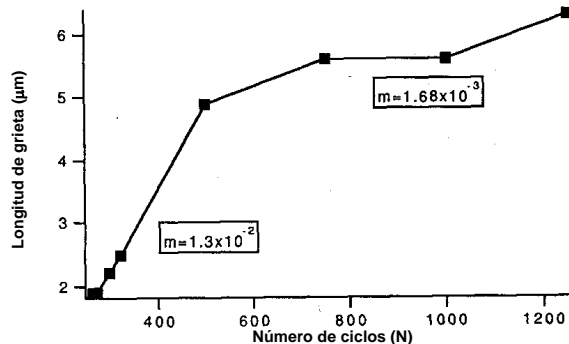
Por lo tanto, es evidente que cuando estos materiales se ven sometidos a ciclos térmicos, con o sin aplicación de carga, se genera un considerable flujo plástico y tensiones internas, lo que da lugar a cambios microestructurales y aparición de defectos, principalmente en la intercara. Dicha degradación es tanto mayor cuanto mayor es la diferencia entre los coeficientes de dilatación de fibra y matriz ( $\Delta\alpha = \alpha_m - \alpha_f$ ) y mayor es la diferencia de temperaturas en el ensayo ( $\Delta T$ ).

La respuesta al ciclado térmico es muy diferente entre composites reforzados continua o discontinuamente, ya que la relajación de tensiones creada en la intercara fibra-matriz se ve mucho mas dificultada en el caso de refuerzo continuo que en el discontinuo.

En general, los modelos teóricos que describen la degradación de los composites en ciclado térmico suponen un comportamiento elástico y resistente a la fluencia del refuerzo, mientras que todo el comportamiento plástico y la relajación del mismo en el tiempo se dan en la matriz. Ello da como consecuencia que haya un gran flujo plástico en la matriz durante el ciclado térmico, siendo la deformación total la suma de dicho flujo y de la relajación de deformaciones, que a su vez es función del tiempo disponible para que dicha deformación se relaje (ciclos de largos períodos dan lugar a mayores relajaciones y mayores deformaciones totales que ciclos cortos). Esto da como consecuencia la formación de huecos y defectos en la intercara fibra-matriz, principalmente en aquellas intercaras en las que está presente una fase frágil (por reacción fibra-matriz en el proceso de fabricación). En el caso de composites continuos, la deformación axial es mayor cuanto mayor es el diámetro de fibra y menor cuanto menor es la longitud y el volumen de fibra ( $V_f$ ).

Para composites discontinuos los modelos se desarrollan a través de análisis tridimensionales. El modelo supone, como en el anterior caso, una matriz que fluye y un refuerzo completamente elástico y predice la deformación en cada ciclo térmico a través

de un efecto combinado de las tensiones internas inducidas por diferentes dilataciones de matriz y fibra, de la tensión aplicada, y la relajación de la tensión interna generada por la deformación plástica de la matriz por fenómenos de difusión. Los cálculos teóricos se ven refrendados por los resultados empíricos obtenidos en composites Al-SiC<sub>p</sub><sup>175</sup>. En el caso de composites reforzados con fibras cortas, las tensiones generadas en la intercara se relajan a través del movimiento de dislocaciones y deslizamiento a lo largo de la fibra, dando lugar a acumulación de tensiones y generación de defectos en la punta del refuerzo. Este fenómeno se ha podido comprobar experimentalmente<sup>176</sup>,



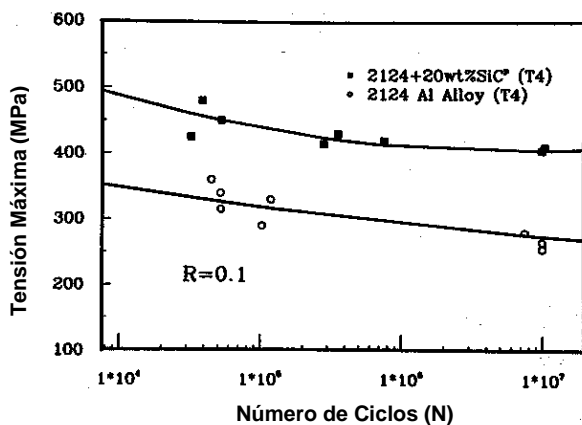
**Figura 1.26.-** Propagación de la grieta en función del número de ciclos en el ensayo de ciclado térmico. Ref. 176.

viéndose cómo la aparición de la grieta se da en un número de ciclos muy bajo. La figura 1.26 muestra como dicha grieta se propaga rápidamente en los primeros ciclos hasta alcanzar un estado estacionario en el que la propagación se hace mucho más lenta.

#### 1.5.2.5.- Fatiga

La resistencia a fatiga de los composites de matriz metálica varía en gran medida con el tipo de refuerzo utilizado. No obstante, la respuesta a fatiga de un CMM puede considerarse como una mezcla de dos tipos de comportamiento debido a la presencia del elemento cerámico: la iniciación y propagación de la grieta en fatiga y el fallo estático del componente cerámico.

Composites con refuerzo continuo presentan una mejora de la resistencia a fatiga en la dirección del refuerzo, ya que la fibra desvía y detiene el crecimiento de la grieta nacida en la matriz y que progresa perpendicular al eje de carga. Sin embargo, cuando se ven sometidos a carga perpendicular al refuerzo la resistencia a fatiga es mucho menor, discuriendo la grieta rápidamente a lo largo de la intercara.



**Figura 1.27.-** Mejora de la resistencia a fatiga de una aleación de aluminio con la adición de partículas de SiC. Ref. 177.

En el caso de composites discontinuos, la resistencia a fatiga de la matriz tiene una mayor influencia en la resistencia final, si lo comparamos con los composites continuos, ya que la grieta no está obligada a atravesar el refuerzo sino que progresa por la matriz e intercara. Refuerzos de fibra corta consiguen desviar el crecimiento de la grieta y, en ocasiones, detenerlo, pero para ello

deben tener un bajo nivel de desalineamiento con el eje de carga, ya que en caso contrario la grieta progresa rápidamente por la intercara. No obstante, hay grandes diferencias en el comportamiento de los composites discontinuos, teniendo una enorme influencia varios aspectos:

- *Tipo de aleación.-* Varios trabajos han demostrado que mientras que unas aleaciones presentan mejoras en el comportamiento a fatiga cuando les es añadido un refuerzo en forma de partículas o fibras cortas, otras muestran un comportamiento completamente contrario. La figura 1.27 muestra la mejora de resistencia a rotura a fatiga en alto y bajo número de ciclos de una aleación de aluminio reforzada con partículas de SiC en comparación con la aleación sin reforzar<sup>177</sup>. Sin embargo, también se ha comprobado que aleaciones de aluminio con contenidos en magnesio tienen menor resistencia a la fatiga que la aleación sin reforzar, debido a la formación de precipitados frágiles. De la misma manera, aleaciones con contenido en cobre no mejoran este aspecto por la adición de refuerzo.
- *Tipo, tamaño y forma de las partículas de refuerzo.-* Algunos trabajos han demostrado la reducción del número de ciclos a fatiga por adición de partículas gruesas de SiC. La explicación para ello la dan en el hecho de que dichas partículas actúan como precipitados y dispersiones que hacen más frágil el material, dando lugar a una mayor velocidad de propagación de

grieta. Sin embargo, Harris<sup>177</sup> demostró una mejora a través de la adición de partículas de SiC de tamaños inferiores a 3 $\mu$ m (ver figura 1.27). La presencia de acumulaciones de fibra (“clusters”) y/o heterogeneidades en la distribución del refuerzo tienen también una influencia negativa.

- *Tipo de refuerzo.*- Por lo general, las fibras cortas y whiskers tienen mejor comportamiento frente a la fatiga que las partículas, siendo ésta mejor a medida que la relación de aspecto (Lo/d) aumenta y el desalineamiento con el eje de carga es menor. La presencia de los comúnmente llamados “shot” en fibras cortas comerciales (fibras de mucho mayor tamaño y diferente tamaño que el resto debido a un inadecuado proceso de fabricación) da lugar a una considerable reducción de la resistencia a fatiga por formación de grietas a bajas cargas.

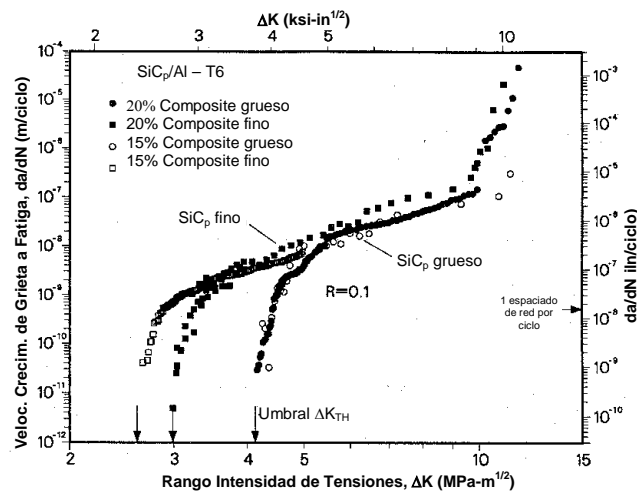
*Por lo general, la formación de la grieta tiene lugar en “clusters”, “shots”, hollín, óxidos e impurezas provenientes del proceso de fabricación y en la intercara. En este último caso es debido a la presencia de elementos de reacción y/o a la mala unión fibra-matriz.*

Otro elemento importante a tener en cuenta es la formación de grietas en los extremos de las fibras cortas o whiskers. En estas zonas la matriz tiene un estado de tensión muy superior al resto, especialmente cuando el final de la fibra es plano, formándose una gran deformación plástica en las esquinas de los extremos. La grieta formada en estas zonas, a bajo número de ciclos y cargas de tensión inferiores al límite elástico, posteriormente progresa por la intercara, sobre todo si existe en dicha intercara un elemento frágil, como pueden ser óxidos o productos de reacción con la matriz durante el proceso de fabricación.

En general, a altas velocidades de propagación de grietas formadas a fatiga, el composite se comporta peor que la correspondiente aleación sin reforzar, siendo mas acusado si la grieta progresa en la misma dirección de las fibras que si éstas están alineadas. En estos casos, los whiskers o fibras cortas actúan de manera que desvían el frente de grieta, requiriéndose un aporte energético suplementario para que la grieta siga

progresando.

Se ha observado que el efecto reforzante de partículas de SiC es función del tamaño de las mismas, siendo más efectivo un tamaño superior en ensayos realizados con baja relación de cargas ( $R = 0.1$ ) y cerca del umbral ( $\Delta K_{TH}$ ). En estos casos, el umbral de propagación de grieta a fatiga llega a ser mucho menor que para partículas finas (ver figura 1.28). Este fenómeno se ha explicado por el hecho de que partículas mas gruesas son capaces de desviar la grieta principal, ya que ésta trata de evitar las partículas que

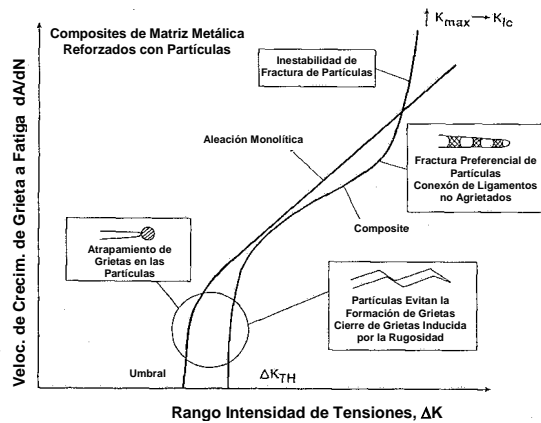


**Figura 1.28.-** Variación de la velocidad de propagación de grieta a fatiga ( $da/dN$ ) con el rango de intensidad de tensiones ( $\Delta K$ ) para composites Al-SiC reforzados con 15 y 20%v de partículas gruesas y finas, en un ensayo con relación de cargas 0.1. Ref. 178.

se encuentran en el camino, dando lugar a un cierto apantallamiento de la grieta a través de un efecto de cerramiento de grieta (*“crack closure”*,  $K_{cl}$ ) y de atrapamiento de partículas, disminuyendo la posibilidad de que las pequeñas grietas que se están formando en el frente de grieta puedan coalescer en la grieta principal y así progresar. En el caso de partículas finas la desviación de la grieta no es tan

efectiva a estos niveles<sup>179</sup>. Sin embargo, a mayores relaciones de carga ( $R = 0.75$ ) el umbral se ve reducido en un 40-70%, teniendo, en este caso, un mejor comportamiento las partículas finas. Ello es debido principalmente a que el efecto que tenía lugar a bajas relaciones de carga no se produce, siendo el valor  $K_{cl}$  menor que  $K_{min}$ , o lo que es lo mismo,  $K_{cl}/K_{max}$  nunca es superior a 0.75.

Tampoco el efecto del reforzante es igual en todo el rango de tensiones. En niveles de velocidad de crecimiento de grieta cercanos al umbral existe una cierta mejora en los composites, debido al anteriormente mencionado fenómeno de desviación del frente de grieta al llegar a las partículas (atrapamiento de partículas o desviación de la grieta). Sin embargo, a niveles medios ( $\sim 10^{-9}$ - $10^{-6}$  m/ciclo, ver figura 1.29) la mejora es mucho más



**Figura 1.29.-** Esquema del diferente comportamiento de composites discontinuos y sus correspondientes aleaciones sin reforzar en crecimiento de grieta en función de  $\Delta K$ , asociados al mecanismo en cada caso. Ref. 180.

moderada debido a que en la punta de la grieta se producen roturas limitadas de partículas que forman “ligamentos”, que a su vez actúan como puentes de la grieta principal. Por último, a mucho mayores velocidades, es decir cerca de  $K_{IC}$ , el comportamiento de la aleación es mucho mejor en comparación al composite debido a su mejor comportamiento a la tenacidad.

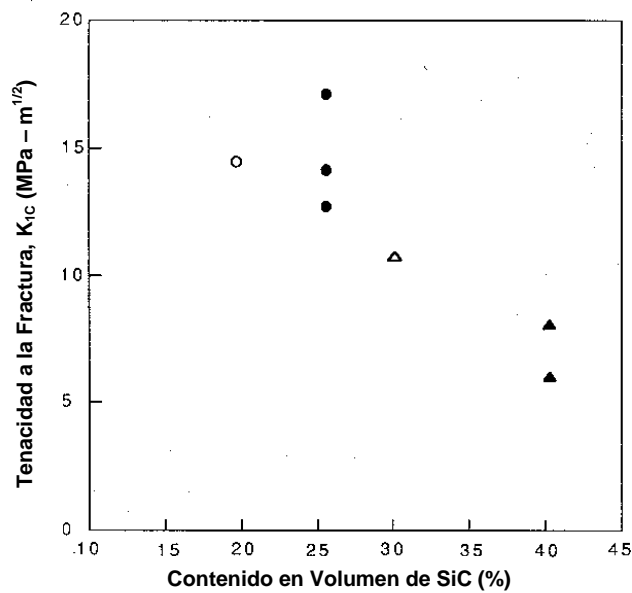
### 1.5.2.6.- Tenacidad

La tenacidad a fractura de los composites de matriz metálica puede considerarse como uno de los principales problemas de este tipo de materiales, siendo la mayor desventaja a la hora de ser introducidos en una gran cantidad de aplicaciones, sobre todo en estructuras que deben ser resistentes al daño. La rotura rápida de un material con un defecto inducido (entalla) tiene lugar cuando la fuerza a la que está sometida el material es superior a lo que el material puede resistir el progreso de la grieta. Por lo tanto, la tenacidad a fractura de un material ( $K_{IC}$ ) se define como el factor intensidad de tensiones necesario para que la grieta presente un crecimiento rápido y estable.

Durante el progreso de la grieta en el ensayo de tenacidad se dan lugar una gran cantidad de fenómenos que tienen influencia, positiva o negativa, en el valor final de trabajo necesario para romper la probeta. La mayor parte de la energía absorbida por el composite durante el crecimiento de la grieta corresponde a la matriz, siendo una pequeña parte absorbida por el refuerzo. No obstante, la energía absorbida por el refuerzo es únicamente elástica, y se recuperará cuando la grieta haya pasado de largo. Por lo tanto, toda la energía disipada en la punta de la grieta se puede considerar que únicamente corresponde a la matriz.

Los efectos más importantes de la adición de elementos reforzantes a matrices dúctiles son:

- Las bandas de deslizamiento se ven alteradas, ya que las partículas/fibras bloquean las líneas de deslizamiento y limitan las fuentes de dislocación secundaria, dando lugar a zonas de deformación plástica mucho mas reducida en la punta de la grieta y, por tanto, a un menor volumen de material deformado.
- Las partículas presentes en la punta de la grieta limitan la deformación a fractura de la punta de la grieta y, por tanto, la tenacidad a fractura.
- La adición de elementos rígidos a la matriz aumenta el límite elástico del composite (aumento de dislocaciones, tensiones residuales, etc.) lo que da lugar a una menor tenacidad.
- La desunión de partículas con la matriz cerca de la punta de la grieta, formando microgrietas que no están directamente conectadas con la principal, puede tener un efecto positivo en la tenacidad a fractura. Por lo tanto, se puede llegar a conseguir una mejora de la tenacidad a través de la adición de refuerzos que no tengan buena unión con la matriz, especialmente si las partículas o fibras cortas de refuerzo son pequeñas (mayor número de microgrietas). La explicación del fenómeno estriba en el hecho de que el factor intensidad de tensiones de la grieta principal se reduce por la presencia de éstas microgrietas en zonas adyacentes, dando lugar al llamado fenómeno de iniciación de grietas por microhuecos.
- Si el refuerzo es suficientemente frágil se disminuye la zona de deformación plástica, disminuyéndose el trabajo total a fractura, como se ha señalado en el primer punto. Sin embargo, si las partículas se rompen, cierto trabajo de fractura es absorbido por las partículas, aumentando de esta manera la energía de formación de nueva superficie de rotura, siendo el efecto mayor a menor tamaño de partícula. Pero, para la gran mayoría de los sistemas estudiados, esta contribución es despreciable.



**Figura 1.30.-** Variación de la tenacidad a la fractura en composites Al-SiC en función del contenido en refuerzo. Ref. 174.

Se ha comprobado, tanto teóricamente como en la práctica, la disminución de la tenacidad a fractura de composites con refuerzo discontinuo en función del contenido en refuerzo. La figura 1.30 muestra dicha variación con respecto al contenido de partículas de SiC en una matriz de aluminio<sup>174</sup>. De la misma manera, se ha comprobado la gran influencia que tienen los tratamientos térmicos del

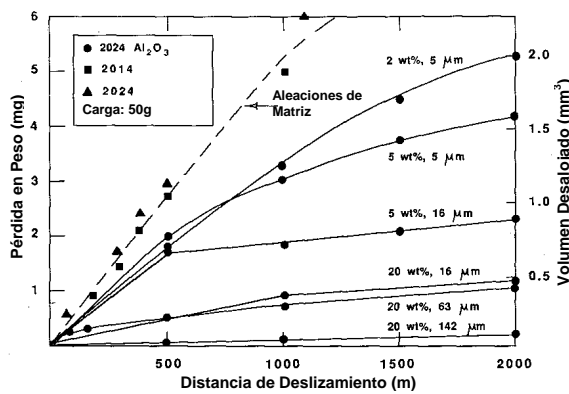
composite en los valores de tenacidad a fractura, observándose un cambio en la mecánica de fractura para diferentes tratamientos<sup>181</sup>. Estudios recientes de tenacidad a la fractura de composites discontinuos han comprobado experimentalmente que esta propiedad está fuertemente influenciada por el tipo del refuerzo añadido (tamaño y forma), fracción volúmica y combinación refuerzo/matriz<sup>182</sup>. También se ha comprobado una importante influencia de la forma y tamaño de la probeta ensayada, especialmente el espesor de la misma, así como de la entalla<sup>183</sup>.

#### 1.5.2.7.- Resistencia al desgaste

Uno de los mayores campos de aplicación de los CMM, y en especial de los composites de matriz metálica con refuerzo discontinuo (partículas, whiskers o fibras cortas), es en componentes sometidos a desgaste o fricción. El desgaste es un fenómeno que se puede definir como la pérdida de material de una o varias superficies en contacto y en movimiento relativo de la una con la otra, es decir, es un fenómeno al que están sometidos una gran cantidad de componentes industriales.

La mayoría de los componentes industriales en los cuales se han introducido los CMM





**Figura 1.31.-** Pérdida de peso y volumen de desgaste de un aluminio con y sin partículas de alúmina en función de la distancia deslizada. Ref. 184.

son precisamente en piezas de automoción sometidas a altas sollicitaciones a fricción. La adición de partículas de elevada dureza, como SiC y Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, o de alto poder de lubricación como el grafito, a matrices como aluminio o cobre, han sido ya probadas con éxito en componentes como las camisas de cilindro, cabezas del pistón, segmentos, contactos eléctricos

deslizantes, cojinetes antifricción, etc...

Existen en la bibliografía muchos trabajos que abordan los CMM desde este punto de vista. Todos ellos (excepto raras excepciones) han estudiado el comportamiento al desgaste o fricción de composites con refuerzo discontinuo, siendo los más habituales composites de matriz aluminio, magnesio y cobre, aunque últimamente se está haciendo también un gran desarrollo en el estudio de composites base acero, magnesio, titanio e intermetálicos. Sin embargo, debido a la ausencia de una clara normativa de ensayos de desgaste-fricción, la dispersión de datos y dificultad de comparación de resultados, obtenidos en ensayos realizados en una gran cantidad de diferentes dispositivos, parámetros, probetas, etc, es muy grande. De hecho, hay una gran cantidad de diferentes ensayos de desgaste como los llamados en nomenclatura anglosajona pin-on-disc, pin-on-plate, block-on-ring y crossed cylinders, además de otra gran cantidad de ensayos desarrollados para el estudio de mecanismos de desgaste y fricción.

La mayoría de los trabajos de desgaste establecen comparaciones entre los composites y sus correspondientes aleaciones sin reforzar, *demonstrándose en la gran mayoría de ellos una mejora casi general*. La figura 1.31 muestra un ejemplo de ello, viéndose como la resistencia al desgaste de una aleación de aluminio es mejorada con la adición del refuerzo de alúmina, siendo tanto mejor el comportamiento cuanto mayor sea la adición y el tamaño de la partícula de refuerzo<sup>184</sup>.

Aunque casi todos los estudios se han basado en aleaciones de aluminio reforzadas con SiC o  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , que son los mas fácilmente disponibles a escala industrial ya que son comercializados principalmente por la empresa canadiense Duralcan (perteneciente a Alcoa), en la última década se han hecho estudios de mejora al desgaste de aleaciones de aluminio por adición de fibras cortas de alúmina y/o sílice<sup>185,186</sup>, así como por adición de partículas de carbono<sup>187</sup>. De la misma manera, varios estudios han incidido en la mejora al desgaste de cobre y sus aleaciones por adición de partículas de grafito<sup>5-7</sup>, de aceros por adición de partículas<sup>31,36</sup>, etc.

### **1.5.3. Composites de aluminio reforzados con carbono**

El sistema C/Al fue uno de los primeros sistemas matriz-refuerzo que se desarrollaron a finales de los setenta y durante la década de los ochenta, aunque ya se habían hecho los primeros trabajos de desarrollo de estos composites para aplicaciones espaciales avanzadas en Norteamérica durante los años sesenta, gracias a las enormes inversiones realizadas durante la carrera espacial. No obstante, debido a los altos precios que las fibras de carbono aún siguen teniendo en el mercado y a determinados problemas de compatibilidad matriz-refuerzo, así como al precio final derivado de los procesos de producción, no se han introducido en la industria en la misma medida que otros tipos de composites, tales como  $\text{Al-SiC}_p$ , composites de aluminio in-situ,  $\text{Ti-SiC}_f$ , etc. Sin embargo, su potencial como material compuesto es indudable, ya que presenta una serie de ventajas, en cuanto a propiedades físicas y mecánicas, que no las pueden ofrecer ningún otro tipo de composites. Entre las propiedades más interesantes en este tipo de materiales se encuentran su elevada resistencia específica y rigidez, bajo coeficiente de expansión térmico, baja densidad, elevadas conductividades eléctrica y térmica así como resistencia al desgaste.

Existe una amplia variedad de refuerzos de carbono, como pueden ser las partículas, fibras cortas, whiskers y fibra larga o continua, que van a dar lugar a composites con muy diferentes características. Además, dentro de cada uno de ellos hay diferencias en cuanto a su estado (carbonización o grafitización) o método por el cual se obtienen.

Como ocurre con todos los CMM, en general se puede decir que las mejores prestaciones

se obtienen con el refuerzo de fibra larga, especialmente en la dirección del refuerzo. No obstante, la utilización de dicho refuerzo obliga a utilizar unas tecnologías de fabricación muy caras, tales como la unión por difusión.

La utilización de refuerzos discontinuos, tales como la fibra corta, partículas y whiskers, conlleva una reducción de las prestaciones finales del material compuesto. Sin embargo, su fabricación se puede llevar a cabo a través de tecnologías mucho más asequibles, tanto desde el punto de vista económico como tecnológico, lo que aumenta su potencial explotación a escala industrial. Así, un caso de especial interés dentro de los composites aluminio-carbono lo constituyen aquellos que están reforzados con fibra corta. Ello es principalmente debido a que su fabricación se puede llevar a cabo a través de tecnologías convencionales, a la vez que se alcanzan unas prestaciones finales relativamente elevadas (aunque no tan altas como los reforzados con fibra continua en la dirección del refuerzo). Sin embargo, para conseguir alcanzar unas buenas prestaciones es necesario un estricto control de los parámetros de fabricación que permita llegar a una unión fibra-matriz adecuada (sin excesiva reactividad) y una buena calidad metalúrgica en la pieza final.

#### **1.5.3.1.- Procesos de fabricación**

Hasta la actualidad, el mayor número de investigaciones y proyectos de desarrollo de prototipos industriales se han llevado a cabo a través de dos principales procesos de fabricación, squeeze casting y diffusion bonding. El primero de ellos es una tecnología que se encuentra ampliamente establecida como proceso de conformado de aleaciones ligeras en países como Japón o Estados Unidos, pero que todavía está en fase de introducción en Europa, (en España solamente se ha desarrollado a escala de planta piloto) y por tanto sigue siendo aún una tecnología desconocida y que necesita importantes inversiones en nuestro entorno más próximo, aunque tiene un potencial muy grande en un futuro cercano. Esta tecnología de producción de CMM, consistente en la infiltración, gracias a la aplicación de una elevada presión, de preformas porosas de carbono (fibra corta, larga o partículas) con el aluminio en estado líquido, permite la obtención de composites con baja reactividad fibra-matriz (cortos períodos de tiempo de contacto entre la fibra y el metal líquido) en un tiempo relativamente corto, con una excelente calidad metalúrgica y con

forma de componente final (con lo que supone de ahorro en procesos de mecanizado), lo que le hace ideal para fabricación industrial de componentes.

Por otro lado, el conformado por “*diffusion bonding*” es un proceso muy caro e inaccesible aún a la industria, ya que se trata de un proceso lento y que necesita instalaciones de gran costo, lo cual no permite producción de grandes series de componentes. Esta tecnología se ha utilizado para la fabricación de prototipos para la industria espacial y aeronáutica, es decir allí donde los costos finales son menos importantes que las prestaciones del componente desarrollado, y donde no hay producción de grandes series. Esta tecnología de fabricación permite conseguir las prestaciones mas elevadas en los composites, ya que además de conseguirse una casi ausencia de reacción (las temperaturas de consolidación son relativamente bajas), se pueden fabricar composites con refuerzo en una dirección y con elevado contenido en refuerzo (en ocasiones superior al 60% en volumen). Si a todo esto anteriormente expuesto se une el elevado precio de la fibra de carbono, estamos hablando de un material con un valor final demasiado elevado como para que se utilice industrialmente a gran escala.

Los procesos de fabricación por mezcla en estado líquido o semi-sólido (fusión, mezcla y colada), es decir aquellas tecnologías más sencillas y con menor necesidad de inversiones, no se han utilizado con gran profusión en este tipo de materiales por varias razones esenciales:

1.- *Ausencia de mojabilidad entre carbono y aluminio líquido.*- Este es uno de los principales problemas encontrados al utilizar esta clase de refuerzo, ya que da lugar a intercaras discontinuas, donde el material encuentra un punto especialmente débil. Ello obliga a utilizar algún método que consiga una mejora de éste negativo aspecto, como se verá mas adelante.

2.- *Reactividad elevada.*- A pesar de que la fibra no es mojada por el aluminio en estado líquido, si que sufre una gran reacción. Hay formación de compuestos frágiles que disminuyen las propiedades finales del material por constituir un punto

preferente de nucleación y crecimiento de grietas. A ello hay que añadir la degradación de la fibra como resultado de dicha reacción.

*3.- Dificultad de adición del refuerzo al metal en estado líquido.-* Esto es especialmente importante en el caso de fibras cortas, ya que tienen una tendencia muy grande de formar aglomerados (enmarañamientos de fibras) muy difíciles de inyectar en el caldo y de separar, una vez dentro del mismo. Por otro lado, la diferencia de densidades entre matriz y refuerzo (2,7 y 1,8 gr/cm<sup>3</sup> para aluminio y carbono respectivamente) da lugar al fenómeno de flotación del refuerzo. A ello hay que añadir la rotura de fibras producida durante la agitación mecánica, una vez que están dentro del metal líquido, incrementándose la pérdida de propiedades del material final por degradación del refuerzo.

En general, estos métodos de fabricación apenas han sido utilizados en el caso de refuerzos de fibra corta de carbono, aunque en los casos de fibras cortas o whiskers de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Nicalón se ha utilizado algo más (debido a una menor reactividad con el aluminio y a su mayor resistencia a la rotura). El principal impedimento para el uso de este tipo de fabricación estriba en el hecho de que la reactividad de la fibra con el aluminio en estado líquido es demasiado elevada como para mantener ambos en contacto durante un tiempo relativamente elevado a las temperaturas de proceso. Esta es otra de las razones por las que se tiende a utilizar procesos de fabricación como los anteriormente señalados (diffusion bonding y squeeze casting), pues permiten utilizar temperaturas menores de proceso y tiempos de contacto muy cortos entre la fibra y la matriz a temperaturas elevadas respectivamente.

A pesar de todo ello, y debido al enorme interés que existe en la optimización de estos procesos de fabricación para su introducción en la industria (principalmente por la economía del proceso), hay investigadores que han optado por el “compocasting” y sus variantes. En el caso del “stir casting”, la adición del refuerzo a la matriz en estado líquido<sup>80,84,195-198</sup> hace que la reactividad sea mayor si cabe, mientras que en el “rheocasting”, debido a que la mezcla se lleva a cabo en estado semi-sólido, la adición del refuerzo y la colada a molde se hace mas dificultosa aunque se mejora la distribución de la

fibra en la matriz<sup>85,199</sup>. La adición y mezcla del refuerzo en estado semi-sólido da lugar también a una elevada degradación del refuerzo, especialmente cuando se trabaja con fibra corta, como consecuencia de la elevada cizalla creada en la mezcla semi-sólida agitada. Todos estos procesos fueron explicados en detalle con anterioridad en el punto 1.4.2.1.

Hay muy pocos grupos de investigación en el mundo que hayan trabajado en la fabricación de estos materiales de aluminio reforzado con grafito, y menos aún si nos ceñimos a aquellos que hayan trabajado con fibra corta (tema de la presente tesis) y en procesos de fabricación por mezcla en estado semi-sólido o líquido. Más concretamente, sólo hay un grupo en el mundo (en la India) del cual se tenga certeza de que se dediquen a este caso en particular. La ausencia de datos concluyentes de propiedades mecánicas y físicas sobre dichos composites en la bibliografía no hace más que poner en evidencia el interés y necesidad de dedicar esfuerzos de investigación en estos materiales, que engrosen el número de datos y conocimiento que en la actualidad existe de ellos hasta alcanzar una mayor fiabilidad para su utilización.

### **1.5.3.2.- Sistemas matriz-refuerzo**

Las aleaciones de aluminio que, en general, más se utilizan para la fabricación de composites son el aluminio puro<sup>80,188,189</sup> (más como interés científico que para un componente determinado), Al-Cu<sup>91,95</sup>, Al-Cu-Mg<sup>190</sup>, Al-Si<sup>80,90</sup>, Al-Mg<sup>113,189</sup>, Al-Mg-Si<sup>80</sup>, Al-Si-Mg<sup>77,84,85,91,191</sup> y Al-Zn-Mg<sup>80,85</sup>.

No obstante, las que se han utilizado con mayor profusión son las aleaciones 6061 (Al-1Mg-0.6Si) y AS7G03 (Al-7Si-0,3 Mg). La primera es una aleación típica de forja, mientras que la segunda es una de las aleaciones más comúnmente utilizadas en componentes de automoción fabricados por fundición.

En cuanto al refuerzo se refiere, se han utilizado tanto partículas de grafito como fibras PAN o PITCH de alto módulo (HM) o de alta resistencia (HR), es decir se han utilizado todas las clases de fibras que existen en el mercado. A pesar de ello, principalmente el uso se ha restringido a la fibra PAN porque tiene un precio mucho más asequible, aunque

algunos autores prefieren utilizar fibra PITCH<sup>188</sup> por su menor reactividad. La mayor parte de los composites reforzados con partículas, se fabrican a través de procesos de mezcla en estado líquido o semi-sólido.

Uno de los refuerzos de carbono que mayor atención están despertando en el mundo de la automoción y electrónica en los últimos años es un nuevo tipo de fibras (VGCF) cuyo coste es 10 veces menor que las fibras actuales, a la vez que tienen unas propiedades muy interesantes de conductividad térmica. Por otra parte, su especial revestimiento externo de carbono pirolítico les hace mucho más compatibles con aluminio en estado líquido, lo que es interesante para el tema de la presente investigación. No obstante, su fabricación se halla todavía a nivel preindustrial, por lo que habrá que esperar varios años para que se puedan adquirir cantidades ilimitadas en el mercado.

#### **1.5.3.3.- Intercara**

El uso de un sistema adecuado matriz-refuerzo hará que la intercara formada durante el proceso de fabricación sea una u otra, como se ha puesto de manifiesto en el punto 1.5.1. En cualquier caso, la intercara ideal para un material composite sería aquella lo suficientemente fuerte como para que se transmitieran los esfuerzos desde la matriz al refuerzo, pero no demasiado fuerte para así evitar un exceso de fragilidad en el material (lo que llevaría a situaciones de rotura catastrófica).

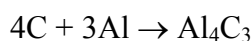
Los fenómenos de intercara del sistema C-Al que ocurren durante el proceso de fabricación complican en gran medida la obtención de elevadas propiedades mecánicas, ya que además de no existir mojabilidad entre la matriz y el refuerzo, el sistema es altamente reactivo. Tanto las propiedades físicas como las mecánicas están controladas en una gran medida por las estructuras y características de las intercara matriz-refuerzo. Los productos de reacción que se forman en la intercara son extremadamente frágiles (principalmente el  $\text{Al}_4\text{C}_3$ ), situación que se complica por la formación de una gran cantidad de tensiones residuales debido a la diferencia entre los coeficientes térmicos de expansión entre los productos formados, la matriz y las fibras, lo que empeora el comportamiento del material final<sup>192</sup>. Por otra parte, la formación de precipitados secundarios, cerca o en la intercara

fibra-matriz, disminuyen las propiedades del material ya que funcionan como fuente de dislocaciones y como barrera al movimiento de las mismas (disminución de la tenacidad).

Debido a la importancia de la reactividad en las propiedades del composite fabricado, una gran cantidad de investigadores ha dirigido sus esfuerzos hacia el estudio de este fenómeno, intentando eliminar o, al menos, minimizar la formación de productos frágiles en la intercara<sup>80,113,188,190,192-194,200-202</sup>. Los productos de reacción de mayor importancia son:

- $\text{Al}_4\text{C}_3$ .- Es el producto de reacción primario que se ha constatado que en la mayoría de los casos aparece. La reacción de formación de  $\text{Al}_4\text{C}_3$  se da por encima de los  $500^\circ\text{C}$ , e incluso, en determinadas condiciones, por debajo de ella. Se presenta en tres formas diferentes (bastoncillos, cúbico e irregular) que crecen de la fibra hacia la matriz. Cristaliza en red hexagonal y hace que la rotura se produzca de manera catastrófica/frágil, dando lugar a superficies de rotura planas. Disminuye en gran medida las propiedades del material final.

Existe un modelo de oxidación para la formación del carburo de aluminio que dice que la reacción



está catalizada por la presencia de moléculas de oxígeno o  $\text{H}_2\text{O}$  en estado químico activo. Este  $\text{O}_2$  y  $\text{H}_2\text{O}$  activo presente en la intercara C-Al cataliza la rotura de enlaces C-C con la consiguiente formación del carburo de aluminio.

- $\text{CuAl}_2$ <sup>190</sup>.- Es muy frágil y aparece cuando el contenido de cobre en la matriz es lo suficientemente elevado como para que se produzca la reacción. Cristaliza en red tetragonal centrada en el cuerpo.
- $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ <sup>113</sup>.- Se forma cuando la aleación contiene magnesio. Sobre ésta reacción hay grandes contradicciones ya que algunos autores dicen que no existe ningún tipo de reacción C-Mg.
- $\text{Al}_2\text{O}_3$ <sup>113,193</sup>.- Se forma en aluminio puro y también en aleaciones Al-Si. No se ha conseguido explicar la presencia de oxígeno en la intercara.



Como anteriormente se ha comentado en varias ocasiones, el C-Al es un sistema en el que no hay mojabilidad. Dicha mojabilidad es función de la temperatura, siendo la del grafito con el aluminio líquido mayor cuando se alcanzan los 1000°C. No obstante ésta temperatura es inviable cuando se trata de procesos de fundición de aluminio, tanto por que se incrementaría el costo del producto final como por los inconvenientes que surgirían en el proceso, ya que se produciría una fuerte reacción entre ambos.

La protección de la fibra es otra de las principales vías por las cuales se ha intentado mejorar la estructura de la intercara. El recubrimiento del refuerzo (en este caso el C) con un sinfín de diferentes materiales cerámicos y metálicos se lleva a cabo por diferentes procesos. En cualquiera de los casos, el recubrimiento de la fibra encarece el producto final, siendo algunas técnicas de deposición del revestimiento excesivamente caras como para su uso industrial (CVD, PVD, Spray deposition, etc.). Sin embargo, también existen otras técnicas de deposición menos caras, tales como la deposición química y electroquímica. La efectividad de la barrera aplicada a la fibra depende esencialmente de que dicha barrera tenga baja difusividad con el carbono, que sea completamente uniforme, que sea estable con la matriz y que no afecte excesivamente a la resistencia de las fibras. En el capítulo dos de la presente memoria se presenta el resultado de un profundo estudio de las diferentes técnicas y materiales de revestimiento, con el fin de establecer la manera más idónea de revestir fibras de carbono en la presente investigación.

#### **1.5.3.4.- Prestaciones de los composites Al-C**

Los materiales compuestos de aluminio reforzados por carbono presentan una enorme variedad de diferentes propiedades, dependiendo tanto del tipo de refuerzo (fibras, partículas, escamas, etc.) como de la aleación, proceso de fabricación, porcentaje de refuerzo, tipo de ensayo, etc. La inclusión en el presente apartado de valores de propiedades mecánicas y físicas de diferentes composites sería una labor ingente que no tendría ningún sentido, especialmente cuando la presente investigación está restringida a un muy determinado sistema matriz-refuerzo y a dos procesos de fabricación. Es por ello que se ha preferido mencionar de manera cualitativa las mejoras que, en general, se esperan de la adición de carbono a una matriz de aluminio, siendo estos principalmente:

- *Mayor rigidez.* Esto se cumple para todo tipo de refuerzo. Es habitual que la mejora sea tanto a temperatura ambiente como a alta temperatura
- *Menor ductilidad.* Es la misma consecuencia que en el anterior punto.
- *Mejora, en general, de las propiedades específicas respecto a la matriz sin reforzar.* Esto será más importante cuanto mayor sea el porcentaje de carbono añadido, ya que la densidad del carbono es sensiblemente menor al aluminio. No obstante, a partir de un determinado porcentaje de refuerzo en la matriz, la mejora de propiedades no es tan acusada, siendo a veces negativa, lo que disminuye en gran medida las propiedades específicas del composite.
- *Disminución del coeficiente de expansión térmico.* El carbono, en cualquiera de sus formas, sufre una dilatación con la temperatura mucho menor que el aluminio, lo que da lugar a composites con menores dilataciones a medida que el porcentaje de refuerzo aumenta.
- *Mejora de la resistencia al desgaste.* Esto es cierto principalmente para las partículas de grafito. La especial estructura cristalográfica del grafito, le confiere unas propiedades autolubricantes. De esta manera, a medida que el composite se desgasta, el grafito, al romperse, forma una capa lubricante que es esparcida por toda la superficie por el agente abrasivo, mejorando la resistencia al desgaste y disminuyendo el coeficiente de fricción.
- *Mejora del comportamiento a tracción a altas temperaturas.* Esto es cierto para casi todos los tipos de refuerzo, siendo más evidente en el caso de fibras continuas ensayadas en la dirección del refuerzo.
- *Mejora del comportamiento a tracción a temperatura ambiente.* Esto es solamente cierto para aquellas aleaciones de baja resistencia reforzadas con fibras largas y ensayadas en la dirección del refuerzo. Sin embargo, para refuerzos discontinuos, dicha mejora no es tan evidente, siendo negativa cuando se trata de aleaciones de aluminio de alta resistencia.
- *Mejora de la conductividad térmica.* A pesar de que el aluminio es un excelente conductor del calor y electricidad existe una última generación de fibras con una elevadísima conductividad térmica, llegando a ser superior a la de la matriz sin reforzar. No obstante, es muy importante que la fibra sea continua y en la dirección de la conducción del calor para que las mejoras se manifiesten.

Sin embargo, de entre todas ellas hay que destacar la gran mejora en las propiedades de resistencia al desgaste (especialmente cuando nos referimos al refuerzo en forma de partículas). Las propiedades lubricantes máximas se alcanzan cuando añadimos un 3-5%, ya que conseguimos crear una capa de un espesor aproximado de 50-250  $\mu\text{m}$  (formada por C y en menor medida Al y O) que impide el desgaste del material<sup>84</sup>. Si se aumenta la cantidad de carbono añadido como refuerzo, la mejora del comportamiento a desgaste no aumenta de manera proporcional. La formación de esta capa lubricante se forma al poco tiempo de empezar el desgaste ya que las partículas de grafito presentes en la matriz se rompen y el propio agente abrasivo distribuye dicho grafito por la superficie de desgaste en forma de capa fina.

Cuando nos referimos específicamente a aquellos composites aluminio-carbono reforzados con partículas tenemos<sup>84</sup>:

- Si las partículas son mayores de 250 $\mu\text{m}$  no se mejoran las propiedades.
- Se disminuye en parte tanto la resistencia a tracción como la ductilidad.
- A mayor tamaño de partícula se mejoran la resistencia a rotura en tracción y la ductilidad pero, por el contrario, la tenacidad disminuye (es cierto a partir de un tamaño crítico).
- La dureza disminuye al aumentar el porcentaje de carbono añadido.

Como anteriormente se ha mencionado, hay muy pocos trabajos que se hayan centrado en la fabricación de composites de aluminio con refuerzo de fibra corta de carbono, y menos aún si la ruta escogida es la mezcla en estado líquido o semi-sólido. El único trabajo<sup>85</sup> en el que se presentan valores de propiedades a temperatura ambiente de composites C/Al fabricados por vía líquida y reforzados con fibra corta de carbono (con un proceso secundario de extrusión, con el fin de alinear las fibras) ha reportado una ligera mejora de la resistencia a tracción, algo mayor rigidez y menor deformación a rotura. En dicho estudio, llevado a cabo con composites de bajo contenido en refuerzo (5-8%v), se pone de manifiesto la importancia de la relación de aspecto de la fibra ( $L_0/D$ ), de la ausencia de reactividad en la intercara y de las condiciones de fabricación.

### **1.5.3.5.- Aplicaciones**

La utilización de estos materiales no ha sido aún lo suficientemente extensa debido a los problemas que se han encontrado en su fabricación que, hasta la fecha, aun no han tenido una solución satisfactoria. No obstante, materiales compuestos Al-C fabricados por tecnologías tales como squeeze casting, diffusion bonding, CVD, Spray deposition, etc, se han utilizado en determinadas piezas en el campo aeronáutico y espacial. Entre ellos podemos destacar estructuras de satélites, piezas interiores de naves espaciales, nódulos para componentes electrónicos en satélites, partes de alas en aviones de defensa, etc.

En los últimos tiempos, debido a sus singulares propiedades de resistencia a desgaste principalmente y otras (anteriormente señaladas), se están intentando introducir en ciertas piezas de automoción (bielas principalmente), sin embargo, debido al elevado costo de producción de estos materiales, hasta ahora no se han utilizado a gran escala. También se han desarrollado algunos componentes de automoción sometidos a fricción, como los discos y tambores de freno. Sin embargo, debido a que existen en el mercado disponibles composites Al-SiC, son estos los que mayor atención están acaparando para dichos componentes.

Es por todo ello que actualmente el punto de mira se centra en conseguir fabricar dichos materiales por un proceso lo suficientemente barato como para que sea posible su introducción en determinados componentes, sin elevar en exceso el precio del producto final, y con unas prestaciones comparables (similares o mayores) a los composites ya existentes en el mercado.

## **1.6.- CONCRECIÓN DE LOS OBJETIVOS DEL PRESENTE ESTUDIO; INTERÉS DEL MISMO**

Como ha quedado de manifiesto en este primer capítulo introductorio, la mejora que los CMM presentan respecto a sus aleaciones sin reforzar, les convierte en un grupo de materiales con un gran futuro en los próximos años y décadas. Durante los últimos años, su utilización en componentes espaciales y aeronáuticos, y la fabricación de prototipos en

componentes de automoción, electrónica, etc., ha demostrado que son susceptibles de ser introducidos en un gran número de aplicaciones. Sin embargo, para su introducción a escala industrial, es decir en grandes producciones, se necesita un mayor grado de desarrollo del que hasta ahora han alcanzado los procesos de fabricación de CMM por vía líquida, ya que estos no incrementan en gran medida el coste de los productos finales, haciéndoles competitivos con los materiales convencionales. En el caso del squeeze casting, además de la elevada cadencia de producción que puede alcanzar, existe la ventaja de poder reforzar localmente piezas en aquellos lugares donde se necesite (caso de piezas de freno de automoción, bielas, camisas de cilindro y pistones, etc.) lo que también disminuye el coste final del producto en comparación a una pieza reforzada en todo su volumen. Por otra parte, como se ha puesto de manifiesto en el apartado precedente, el sistema carbono/aluminio, y más en concreto, los composites de aluminio con refuerzo discontinuo de carbono (principalmente fibra corta), son especialmente interesantes por sus prestaciones físicas y mecánicas, no habiendo sido extensamente estudiada su fabricación por vía líquida debido a los diversos problemas anteriormente mencionados (ausencia de mojabilidad, elevada reactividad, etc...). No obstante, la posibilidad que existe de mejorar todos estos aspectos negativos, junto con el interés que la fabricación de estos materiales a través de métodos sencillos e industrializables tendría, hacen que una investigación dirigida en este sentido sea de especial interés.

En vista del anterior razonamiento, se ha considerado que el principal objetivo de la presente investigación sea el desarrollo y puesta a punto de dos tecnologías de fabricación por vía líquida de CMM, tales como la adición del refuerzo a la matriz líquida o semi-sólida (compocasting y rheocasting) y la infiltración bajo presión de preformas cerámicas con metal fundido (también llamado squeeze casting). Se ha considerado de especial importancia que el proceso de fabricación que se ha de desarrollar a escala laboratorio o planta piloto, tenga como fin último la fabricación industrial de componentes y, por lo tanto, que ambos procesos sean perfectamente extrapolables a la realidad industrial, huyendo del uso de cualquier mejora del proceso que, siendo positivo para la calidad última del producto, dificulte de alguna medida su introducción industrial, ya sea por coste final, dificultad tecnológica o porque signifique un importante aumento de la inversión en equipamientos para llevar a cabo el proceso.

Ambos procesos de fabricación serán utilizados para la fabricación de composites de aluminio reforzados con fibra corta de carbono. La utilización de refuerzos de fibra corta con grandes relaciones de aspecto ( $L_0/D$ ) permitiría llegar a unas prestaciones mecánicas mayores de las que se pueden conseguir con partículas, a la vez que parecidas a las de la fibra larga (siempre y cuando se consiguiera una alineación adecuada del refuerzo en la dirección de la carga). Se ha considerado que la utilización de una aleación típica de fundición, como es la aleación AS7G06 (con 7%at. de Si y 0.6at% de Mg), sería de mucho mayor interés que otro tipo de aleaciones, ya que aune su disponibilidad comercial, altas prestaciones mecánicas, baja viscosidad y amplio intervalo de solidificación, de especial interés en la presente investigación, como se explicará con mayor detenimiento en el segundo capítulo de la presente tesis. Por lo tanto, se ha considerado que la optimización de la fabricación de tales composites por las dos tecnologías anteriormente mencionadas, sería de gran interés industrial, constituyendo el objetivo de estudio en la presente investigación. Como se verá en capítulos posteriores, la optimización de ambas rutas de fabricación para la obtención de estos composites requiere tener en cuenta un gran número de variables que permitan llegar a unas propiedades aceptables en los materiales fabricados. La optimización de los procesos se llevará a cabo mediante el estudio metalográfico de las muestras obtenidas, así como a través de una caracterización mecánica básica. Los composites fabricados serán, finalmente, caracterizados mecánicamente y a desgaste, de modo que se permita establecer una relación entre los parámetros de fabricación y las prestaciones de los materiales fabricados.

La mejora de aspectos como la ausencia de mojabilidad, excesiva reactividad y dificultad de conseguir un homogéneo reparto del refuerzo en toda la pieza fabricada debido a las diferentes densidades de los componentes del composite (especialmente en los procesos de mezcla en estado líquido), será considerada como otro de los objetivos del presente proyecto. La adecuada elección de la matriz y el refuerzo, así como el tratamiento de la fibra previo a su adición a la matriz (tratamientos térmicos, precalentamiento, revestimientos, etc.) constituirán las principales vías de mejora en la compatibilidad de ambos componentes, de manera que se facilite su sencilla fabricación a la vez que incrementando sus posibles prestaciones.

Es de resaltar que la presente tesis doctoral se llevó a cabo en paralelo (aunque retrasada en el tiempo) con una tesis doctoral realizada en el CENIM (Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas) del CSIC, en la cual se optimizó la fabricación de composites de zamak reforzados con partículas de carbono<sup>1</sup>, y del que el autor de la presente tesis tuvo relación directa no sólo por su colaboración con el autor de dicho trabajo, sino porque dicha tesis fue dirigida por el mismo investigador que dirige la presente tesis, el Doctor Antonio Madroñero. Los positivos resultados obtenidos en dicho trabajo de investigación, en el cual se trabajó con una aleación de zinc, se pensó que serían extremadamente interesantes para ser aplicados en otro tipo de aleaciones con mucho mayor interés industrial, tales como la aleación de aluminio considerada en la presente investigación. No obstante, a ello debemos unir otros aspectos que la hacen de mayor interés si cabe que la aleación utilizada en la anterior investigación, como es que la compatibilidad de aleación de aluminio y carbono en términos de diferencia de densidades (de especial interés en procesos de fabricación por mezcla en estado líquido) es mucho mayor, lo que facilitaría la obtención de resultados positivos.

## 1.7.- REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. J. Cruz Riaño. *"Fabricación de un material compuesto base zamak reforzado con residuos carbonosos de origen petroquímico mediante la técnica de reocolado"*. Tesis presentada en la Universidad Politécnica de Madrid. Mayo de 1997, Madrid.
2. A. Madroñero, J. Cruz, C. Foruria and **J. Coletto**. *"Rheocasting a Zn-Al composite reinforced with coke dust"*. JOM. January, 1997. pp. 46-49.
3. K. H. W Seah, S. C. Sharma and B. M. Girish. *"Mechanical properties of as-cast and heat-treated ZA-27/graphite particulate composites"*. Composites Part A. 28A (1997). pp. 251-256.
4. S. H. J. Lo, G. J. C. Carpenter and S. Dionne. *"Effects of binder content on the tensile strength of squeeze cast zinc-aluminium composites"*. Les Composites à Matrice Métallique. Une Synthèse. Presses de l'Université du Québec. 1995. pp. 3-15.
5. J. Goñi. *"Optimization of the squeeze casting process for the fabrication of graphite based copper matrix composites"*. These présentée à l'Université de Bordeaux- 1997.
6. J. Goñi, D. Coupard, A. García-Romero, M. C. Castro, **J. Coletto**, C. Foruria and J. F. Silvain. *"Properties of discontinuously reinforced copper matrix composites"*. Proceed. of the Eleventh International Conference on Composite Materials. Vol. III. Gold Coast, Queensland, Australia. 14th-18th July 1997. pp. 290-299.
7. J. Goñi, **J. Coletto**, A. García, R. Rodriguez, A. Rubio and J. F. Silvain. *"Properties of advanced*

- composites made of copper reinforced with graphite flakes*". Proceedings of the 19th international SAMPE conference of the society for the advancement of material and process engineering. Paris, La Défense, France, April 22-24. 1998. pp.543-554.
8. D. L. Ellis and D. L. McDanel. "*Thermal conductivity and thermal expansion of graphite fibre-reinforced copper matrix composites*". Metallurgical Transactions A. Vol. 24A. January 1993. pp. 43-52.
  9. J. F. Silvain, Y. Lepetitcorps, E. Sellier, P. Bonniau and V. Heim. "*Elastic moduli, thermal expansion and microstructure of copper-matrix composite reinforced by continuous graphite fibres*". Composites. Vol. 25. N° 7. 1994. pp. 570-574.
  10. **J. Coletto**, J. Goñi, C. Ortiz, J. Marcos, G. Ramusat. "*Development of new orthorhombic (Ti<sub>25</sub>Al<sub>25</sub>Nb)/SiC intermetallic composites for advanced space applications*". Será presentado en "European conference on spacecraft structures, materials and mechanical testing". 4-6 Noviembre 1998. Braunschweig, Alemania.
  11. P. R. Smith, J. A. Graves, and C. G. Rhodes. "*Evaluation of an SCS-6/Ti-22Al-23Nb orthorhombic composite*". Mat. Res. Soc. Symp. Proceed. Vol. 273. 1992. pp. 43-52.
  12. T. P. Gabb, J. Gayda, A. Chatterjee and R. Ress. "*Mission cycle behavior of orthorhombic titanium matrix composite*". Structural Intermetallics 1997. Ed. by M. V. Nathal et al. The Mineral, Metals & Materials Society, 1997. pp 913-922.
  13. "*Metal Matrix Composites. The next generation of high-performance materials*". Emergin Technologies no. 20. Publ. by Technical Insights, Inc. Englewood/Fort Lee, NJ. 1986.
  14. B. Terry and G. Jones. "*Metal matrix composites. Current developments and future trends in industrial research and applications*". Elsevier Advanced Technology. Mayfield House, 256 Banbury Road, Oxford OX2 7DH, UK. 1990.
  15. P. Rohatgi. "*Cast aluminium-matrix composites for automotive applications*". JOM. April 1991. pp. 10-15.
  16. M. Noguchi and K. Takahashi.. "*Status and prospects for metal matrix composites in Japan*". Proceedings of the first international conference on ceramic and metal matrix composites. CMMC 96, Part 1. 9<sup>th</sup>-12<sup>th</sup> September 1996, San Sebastián. Spain. pp. 153-164.
  17. J. Wadsworth and F. H. Froes. "*Developments in metallic materials for aerospace applications*". Journal of Metals, May 1989. p12.
  18. C. Martínez. "*Los materiales compuestos en los motores de aviación*". Actas del II congreso nacional de materiales compuestos. Universidad Politécnica de Madrid, 25-28 Nov. 1997. (documento no incluido en el libro).
  19. C. Ruffles. "*Aplications of advanced composites in gas turbine aero engines*". Proceedings of the ICCM/9. Vol.1. Madrid, 12-16 July, 1993. pp. 123-130.
  20. K. A. Schmidt and C. Zweben. "*Advanced composite packaging materials*". Electronic Materials Handbook. Vol. 1. Packaging. ASM International. 1989. pp. 1117-1131.
  21. A. Kelly. "*Metal matrix composites- An Overview*". Proceed. of the International Symposium on Advances in Cast Reinforced Metal Composites. Ed. by S. G. Fishman, A.K. Dhingra. Chicago,



- Sep. 26-30, 1988. pp. 1-5.
22. K. Jha, S. V. Prasad and G. S. Updhayaya. "*Preparation and properties of 6061 aluminium alloy/graphite composites by powder metallurgy method*". Powder Metallurgy., 32. 1989. pp. 309-312.
  23. Updhayaya. "*Powder metallurgy metal matrix composites: an overview*". Met. Mat. Process, 1. 1989. pp. 217-228.
  24. M. W. Mahoney and A. K. Ghosh. "Superplasticity in a high strength powder aluminum alloy with and without SiC reinforcement". Metallurgical Transactions A. Vol. 18A, April 1997. pp. 653-661.
  25. L. Lu and M. O. Lai. "*Mechanical properties and microstructure of layered Al-4.5%Cu/10%TiB<sub>2</sub> composite*". Proc. of ICCM-10, Whistler, British Columbia, Canada. August 14<sup>th</sup>-18<sup>th</sup>, 1995. Vol. II. pp. 123-130.
  26. K. T. Kelly and D. S. Wilkinson. "*Effect of microstructural inhomogeneity on the strength of particulate metal matrix composites*". Proc. of ICCM-10, Whistler, British Columbia, Canada. August 14<sup>th</sup>-18<sup>th</sup>, 1995. Vol. II. pp. 433-440.
  27. J. H. Shyong, T. S. Sheu and C. Y. Ma. "*The compression of microstructure and mechanical behaviour of casting and powder processing of SiCp reinforced metal matrix composites*". Proc. of ICCM-10, Whistler, British Columbia, Canada. August 14<sup>th</sup>-18<sup>th</sup>, 1995. Vol. II. pp. 409-416.
  28. S. B. Sternowsky, G. O. Donnell and L. Looney. "*Effect of particle size on the mechanical properties of SiC particulate reinforced aluminium alloy AA6061*". Proc. of the first international conference on ceramic an metal matrix composites CMMC-96. 9-12 Sept. 1996. San Sebastián. Spain. pp. 455-462.
  29. G. O'Donnell and L. Looney. "*Effects of pre-compaction annealing on mechanical properties of SiCp/Al composites*". Proc. of the first international conference on ceramic an metal matrix composites CMMC-96. 9-12 Sept. 1996. San Sebastián. Spain. pp. 479-486.
  30. C. E. da Costa, F. Velasco, A. Várez, J. M. Badia, J. M. Ruiz Prieto y J. M. Torralba. "*Estudio de los materiales compuestos de matriz de aluminio reforzados con Ni<sub>3</sub>Al*". Actas del II Congreso Nacional de Materiales Compuestos. Madrid, 25-28 Nov. 1997. pp. 542-549.
  31. W. M. Lima, C. E. da Costa, N. Anton, M. A. Martínez, F. Velasco y J. M. Torralba. "*Aceros inoxidables reforzados con  $\gamma$ -TiAl: comportamiento mecánico, a corrosión y desgaste*". Actas del II Congreso Nacional de Materiales Compuestos. Madrid, 25-28 Nov. 1997. pp. 465-472.
  32. T. Kobayashi and D. A. Shockey. "*Microstructural toughening mechanisms in  $\gamma$ -TiAl · 20% TiCb as determined by FRSTA*". Metallurgical Transactions A. Vol. 24A, April 1993. pp. 883-894.
  33. A. F. Whitehouse, C. M. Warwick, T. W. Clyne. "*Electrical resistivity of copper reinforced with short carbon fibre*". Journal of Materials Science 26, 1991, pp. 6176-6182.
  34. I. G. Greenfield. "*Measurements of physical properties of hot pressed graphite/copper and graphite/aluminium composites*". Metal & Ceramic Matrix Composites: Processing, Modelling & Mechanical Behaviour. Ed. by R. B. Bhagat, A. H. Clauer, P. Kumar and A. M. Ritter; The Minerals, Metals & Materials Society; 1990, pp. 39-46.
  35. P. Wanjara, S. Yue, R. A. L. Drew, J. Root and R. Donaberger. "*Titanium-based composites*

- produced by powder metallurgy*". Proc. of the first international conference on ceramic an metal matrix composites CMMC-96. 9-12 Sept. 1996. San Sebastián. Spain. pp. 415-422.
36. A. Jokinen an S-P Hannula. "*Fabrication and properties of hot isostatic pressed stainless steel matrix composite compounds*". Proc. of ICCM-10, Whistler, British Columbia, Canada. August 14<sup>th</sup>-18<sup>th</sup>, 1995. Vol. II. pp. 145-152.
37. F. Kazakov, ed., "*Diffusion bonding of materials*", translated by Boris Kuznetsov, MIR, Moscow; Pergamon, New York, 1985.
38. "*International encyclopedia de composites*". Vol. 3, Edited by S. M. Lee, VHC Publishers, 1990. pp. 206-225.
39. R. Leucht, K. Weber, H. J. Dudek and W. A. Kaysser. "*Processing of SiC-fibre reinforced titanium parts*". Proceed. of the seventh european conference on composite materials. ECCM-7. 14-16 May 1996. pp. 361-366.
40. K. Ghosh. "*Solid state processing*" in Fundamentals of Metal Matrix Composites. Ed. by S. Suresh, A. Mortensen and A. Needleman. Butterworth-Heinemann. 1993. pp. 23-42.
41. L Gambone and F. E. Wawner. "*Creep behaviour of a SiC/Ti-1100 composite at 540 K*". Proc. of ICCM-10, Whistler B.C., Canada. August 1995. pp.323-330.
42. Fujiwara, M. Yoshida, M. Matsuhama, S. Ohama. "*SiC fibre reinforced high formability titanium alloy composites*". Proc. of ICCM-10, Whistler B.C., Canada. August 1995. pp.687-694.
43. Fan, P. S. Grant and B. Cantor. "*Manufacture of hoop reinforced Ti-MMC rings by spray/wind process*". Proc. of the first international conference on ceramic and metal matrix composites CMMC-96. 9-12 Sep. 1996. San Sebastian. Spain. pp. 335-342.
44. B. D. Ellis and T. G. Gooch. "*Bonding of SiC fibre reinforced Ti-6Al-4V MMC sheet by resistance heating*". Proc. of the first international conference on ceramic and metal matrix composites CMMC-96. 9-12 Sep. 1996. San Sebastian. Spain. pp. 343-350.
45. .Krishnamurthy, M. R. James, P. R. Smith and D. B. Miracle. "*The effects of matrix microstructure and texture on tensile behaviour of an orthorhombic Ti-aluminide/SiC composite*". Proc. of ICCM-10, Whistler B.C., Canada. August 1995. pp.739-746.
46. Dudek, R. Leucht, W. A. Kaysser. "*Development of metal matrix composites by fibre coating and hiping*". Proc. of ICCM-10, Whistler B.C., Canada. August 1995. pp.695-702.
47. D. J. Lloyd. "*Fabrication of fibre composites using an aluminium superplastic alloy as matrix*". J. Mat. Sci., 19. 1984. pp. 2488-2492.
48. Yulin, L. Zhaonian, Z. Hongxiang and F. Danan. "*A study on carbon fibre (long fibre) reinforced copper matrix composite*". Tianjin Daxue Xuebau, N° 4, 1988. pp.61-67.
49. L. Ellis and M. L. McDanel. "*Thermal conductivity and thermal expansion of graphite fibre-reinforced copper matrix composite*". Metallurgical Transactions A. Vol. 24A. 1993. pp.43-52.
50. F. Silvain, Y. Lepetitcorps, E. Sellier, P. Bonniau and V. Heim. "*Elastic moduli, thermal expansion and microstructure of copper-matrix composite reinforced by continuous graphite fibers*". Composites, Vol.25, N°7, 1994, pp.570-574.
51. K. Everett. "*Deposition technologies for MMC fabrication*". Metal Matrix Composites:

- Processing and Interfaces. Ed. by R. K. Everett and R. J. Arsenault. Academic Press, Boston. 1991. pp. 103-119.
52. Ward-Close and P. G. Partridge. "*A fibre coating process for advanced metal matrix composites*". J. Mat. Sci., 25, (1990). pp. 4315-23.
53. Ohsaki, M. Yosida, Y Fukube amd K. Nakamura. "The properties of C fibre reinforced Al composites formed by ion-plating process and hot pressing". Thin solid films, 45. 1977. pp. 563-568.
54. W. Gardiner and M. C. McConnell. "*The properties of advanced aluminium alloys by vapour deposition*". Metals & Materials, 3, 1987. pp. 563-568.
55. J. Michaud. "*Liquid state processing*". Fundamentals of Metal Matrix Composites. Ed. by S. Suresh, A. Mortensen and A. Needleman. Butterworth-Heinemann.1993. pp. 3-22.
56. D. Skibo, P. L. Morris and D. J. Lloyd. "*Structure and properties of liquid metal processed SiC reinforced aluminium*". Cast Reinforced Metal Composites. Chicago S.G. Fishman and A. K. Dhingra (eds.). ASM. 1988. pp. 257-261.
57. R. Hoover. "*Die Casting of Duralcan composites*". Metal Matrix Composites. Processing, Microstructure and Properties. 12th Riso Int. Symp., N. Hansen, D. J. Jensen, T. Leffers, H. Lilholt, T. Lorentzen, A. S. Pedersen and B. Ralph (eds.) Riso National Laboratory. Denmark. 1991. pp. 387-392.
58. D. Skibo and D. M. Schuster. US Patent N° 4,786,467. 22-Nov.-1988
59. D. Skibo and D. M. Schuster. US Patent N° 4,759,995. 26-July-1988
60. Imich, US Patent 2,793,849. 1957
61. Mehrabian, R. G. Riek and M. C. Flemings. "*Preparation and casting of metal-particulate non-metal composites*". Metall. Transactions, 5. 1974. pp. 1899-1905.
62. C. Flemings, R. G. Rieks and K. P. Young. "*Rheocasting*". Materials Science and Engineering, 25, 1976. pp. 103-117.
63. Levi, G. S. Abbaschian and R. Mehrabian. "*Interface interaction during fabrication of Al alloy-alumina fibre composites*". Metall. Transactions, 9A. 1978. pp. 697-711.
64. P. H. Breban, P. H. Bompard and D. Baptiste. "*Influence of the distribution of fibres on the properties of a co-extruded Gr/Al composite*". Mechanics and Mechanisms of Damage in Composites and Multi-Materials.ESIS 11 (Ed. by D. Baptiste). Mechanical Engineering Publications. 1991. pp. 379-394.
65. J. Kryze, P. Breban, D. Baptiste and D. Francois. "*Elaboration of a coextruded graphite fiber-aluminum MMC experimental and analytical relationship between microstructure and sensitivity to damage initiation*". Metal Matrix Composites- Processing, Microstructure and Properties. Ed. N. Hansen et al.. 12th Riso International Symposium on Materials Science. 1991. pp. 455-460.
66. I. G. Greenfield, N. J. Fang and F. L. Orthlieb. "*Reorientation of SiC whiskers in aluminum at different stages of extrusion*". Proceed. of the ICCM VIII. Ed. by Tsai and Springer. Vol 2. 1989.
67. F. Simancik and G. Jangg. "*Influence of processing parameters on fiber damage and mechanical properties of extruded composite with aluminium matrix and short carbon fibers*". Theoretical and

- applied fracture mechanics 20. 1994. pp. 11-20.
68. C. Vives. *"Elaboration of semisolid alloys by means of new electromagnetic rheocasting processes"*. Metallurgical Transactions B. Vol. 23B, april 1992. pp. 189-206.
  69. M. Flemings. *"Behavior of metal alloys in the semisolid state"*. Metallurgical Transactions B. Vol. 22B, June 1991. pp. 269-293.
  70. P. G. Enright, D. A. Doutre and P. A. Wales. *"Shape casting of metal matrix composites"*. Canadian Patent N° 2,061,364. 1993.
  71. A. M. Samuel, A. Gotmare and F. H. Samuel. *"Effect of solidification rate and metal feedability on porosity and SiC/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particle distribution in an Al-Si-Mg (359) alloy"*. Composites science and technology 53. 1995. pp. 301-315.
  72. D. Alman, A. Dibble, A. Bose, R. M. German, N. S. Stoloff. and B. Moore. *"Powder processing of intermetallic matrix composites"*. Proc. of the international symposium on advances in processing of ceramic and metal matrix composites, Halifax, August 20.,24, 1989. pp. 217-227.
  73. K. U. Kainer, J. Schoder and B. L. Mordike. *"Powder metallurgical production of whisker reinforced magnesium"*. Proceed. of the third european conference on composite materials ECCM3. Bordeaux, 20-23 March 1989. pp. 171-173.
  74. L. Lajoie, M. Suery. *"Modelling of particle segregation during centrifugal casting of Al-matrix composites"*. Cast Reinforced Metal Composites. Proceed. of the international symposium on advances in cast reinforced metal composites. Chicago. 24-30 Sept. 1988. pp. 15-20.
  75. F. A. Giroto, L. Albingre, J. M. Quenisset and R. Naslain. *"Rheocasting Al matrix composites"*. JOM. Nov. 1987. pp. 18-21.
  76. S. Abis and V. Pellegrini. *"An (Al-Si-Cu)-(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>) metal matrix composite produced in semisolid state"*. Journal of the less common metals, 139 (1988). pp. 203-210.
  77. B. Coutand, F. Giroto, Y. Lepetitcorps and J. M. Quenisset. *"Hot working behaviour of discontinuous SiC/Al composites obtained by rheocasting"*. Proceed. of the third european conference on composite materials. ECCM3. Bordeaux, 20-23 March 1989. pp. 233-239.
  78. S. Abis. *"Characteristics of an aluminium alloy/alumina metal matrix composite"*. Composites science and technology, 35 (1989). pp. 1-11.
  79. P. K. Balasubramanian, P. S. Rao and K. G. Satyanarayana. *"Synthesis of cast Al-Zn-Mg-TiO<sub>2</sub> particle composites using liquid metallurgy (LM) and rheocasting (RC)"*. In Solidification of Metal Matrix Composites. Ed. by P. Rohatgi. TMS. 1990. pp. 181-190.
  80. B. C. Pai, S. G. K. Pillai, R. M. Pillai and K. G. Satyanarayana. *"Microstructural evaluation of cast aluminium alloy matrix composites"*. In Solidification of Metal Matrix Composites. Ed. by P. Rohatgi. TMS. 1990. pp. 191-204.
  81. W. R. Loué, S. Landkroon and W. H. Kool. *"Rheology of partially solidified AlSi7Mg0.3 and the influence of SiC additions"*. Materials Science and Engineering A151 (1992) 255-262.
  82. A. R. Kennedy and T. W. Clyne. *"The migration behaviour of reinforcing particles during the solidification processing of MMC's"*. Proceed. of the second international conference on the Semi-Solid processing of alloys and composites. Massachusetts Institute of Technology, June 10-12,

1992. pp. 376-381.
83. P. J. Wards, H. V. Atkinson, D. H. Kirkwood and C. M. Sellars. *"Semis-Solid processing and microstructure in MMCs based on hypereutectic Al/Si alloys"*. Proceed. of the second international conference on the processing of semi-solid alloys and composites. Massachusetts Institute of Technology, June 10-12, 1992. pp. 440-446.
84. U. T. S. Pillai, B. C. Pai, V. S. Kelukutty and K. G. Satyanarayana. *"Pressure die cast graphite dispersed Al-Si-Mg alloy matrix composites"*. Materials Science and Engineering, A169 (1993). pp. 93-98.
85. B. C. Pai, R. M. Pillai, V. S. Kelukutty, H. Srinivasa Rao, T. Soman, S. G. K. Pillai, K. Sukumaran, K. G. Satyanarayana K. K. Ravikumar, A. K. Gupta and R. Sikand. *"Semi-solid slurry process for making short carbon fibre dispersed aluminium alloy matrix composites"*. Journal of Materials Science Letters 13 (1994). PP. 1278-1280.
86. M. Suery, T. G. Nguyen, L. Nguyen Thanh and D. Favier. *"Rheological behaviour of aluminium matrix composites in the semi-solid state"*. Les Composites à matrice métallique. Une synthèse. Press de l'Université du Québec. 1995. pp. 235-246.
87. Ch. Kang, Y. Kim and Y. Seo. *"A continuous fabrication of  $Al_2O_3$  short fibre reinforced aluminium composites by direct rolling process"*. Scripta Metallurgica et Materialia. Vol. 32, No 9, 1995. pp. 1387-1392.
88. P. R. Gibson, A. J. Clegg and A. A. Das. *"Compocast graphitic aluminum-silicon alloys"*. Foundry trade journal. Feb. 25, 1982. pp. 253-262.
89. C. Milliere and M. Suery. *"SiC-fibre reinforced aluminium-alloy composites: fabrication, structures and mechanical properties"*. Advanced materials research and developments for transport-composites. Edited by P. Lamiq, W. J. G. Bunk and J. G. Wurm. 1985. pp. 241-248.
90. P. R. Gibson, A. J. Clegg and A. A. Das. *"Production and evaluation of squeeze-cast graphitic Al-Si alloys"*. Materials Science and Technology. July 1985. pp. 559-567.
91. F. Girot, J. M. Quenisset, R. Naslain, B. Coutand and T. Macke. *"Mechanical behaviour of aluminium matrix composites reinforced by short fibers and processed by compocasting"*. Proceed. of the ICCM6 & ECCM2. Vol. 2. London, 20-24 July 1987. pp. 330-339.
92. F. Girot, P. Karandikar, A. P. Majidi and T. W. Chou. *"Compocasting and shape forming of metal matrix composites"*. 33rd International SAMPE Symposium. March 7-10, 1988. pp. 1260-1267.
93. C. Milliere and M. Suery. *"Fabrication and properties of metal matrix composites based on SiC fibre reinforced aluminium alloys"*. Materials Science and Technology. Jan. 1988. Vol. 4. pp. 41-51.
94. S. Ray. *"Porosity in foundry composites prepared by vortex method"*. Cast Reinforced Metal Composites. Proceed. of the international symposium on advances in cast reinforced metal composites. Chicago, 24-30 Sep. 1988. pp. 77-80.
95. P. G. Karandikar, T. Chou. *"Characterization of aluminium-matrix composites made by compocasting and its variations"*. Journal of materials science, 26. 1991. 2573-2578.
96. K. Miwam, I. Takashi, T. Ohashi. *"Fabrication of SiC whisker reinforced aluminium alloy matrix*

- composites by compocasting process*". Proceed. of the second international conference on the processing of semi-solid alloys and composites. Massachusetts Institute of Technology, June 10-12, 1992. pp. 398-405.
97. J. F. Liceaga, P. Tsakirooulos, R. Irigoyen, A. Zalaya and J. Goñi. *"Microstructure-property studies in rheocast SiCp reinforced MMCs based on recycled aluminium alloy matrices"*. Proceed. of ICCM9..Madrid, 12-16 July, 1993. pp. 430-435.
98. C. García-Cordovilla, E. Louis, A. Pamies, A. Alonso and J. Narciso. *"Fabrication of aluminium alloys/ceramic particulates composites by means of a compocasting technique, microstructure and mechanical properties"*. Proceed. of ICCM9. Madrid, 12-16 July, 1993. pp. 787-794.
99. Y.-M. Ryu, B.-S. Kim, J. Kim and E.-P. Yoon. *"Compocasting process of graphite particle reinforced Cu-10%Sn-10%Mn MMC"*. Proceed. of ICCM-9. Madrid, 12-16 July, 1993. pp. 824-830.
100. J. Goñi, S. Etxeberria, **J. Coletto**, A. Estevas and R. Irigoyen. *"Optimization of AS9U3 recycled/SiCp composites processing for automotive applications"*. Proceed. of the ECCM7. London, 14-16 May, 1996. pp. 473-478.
101. J. M. Hallen, H. M. Balmori, D. Jaramillo, J. L. Estrada, J. L. González and A. Manzano. *"Influence of mg and stirring on the strength of an aluminium matrix composite obtained by compocasting"*. Proceed. of the first international conference on ceramic and metal matrix composites. CMMC6. Trans Tech Publications. San Sebastian, 9-12 Sep. 1997. pp. 495-502.
102. J. Goñi, **J. Coletto**, A. García, J. K. Palacios, M. C. Castro, D. Coupard and J. Arriaran. *"Microstructure-properties relationship of AS9U3/SiCp Composites formed by sand and permanent mold casting"*. Proceed. of the first international conference on ceramic and metal matrix composites. CMMC6. Trans Tech Publications. San Sebastian, 9-12 Sep. 1997. pp. 487-494.
103. D. J. Lloyd. *"Factors influencing the properties of particulate reinforced composites produced by molten metal mixing"*. Metal Matrix Composites- Processing, Microstructure and Properties. 12th Riso International Symposium on Materials Science. 1991. pp. 81-99.
104. P. K. Rohatgi. *"Synthesis of metal matrix composites containing fly ash, graphite, glass, ceramics or other metals"*. US Patent N° 5,228,494. 20-July 1993.
105. L. Scheed, J. Masounave, N. Villar and V. Constantin. *"Metal matrix composites reinforced by particulates: elaboration, machining and wear"*. Les composites à matrice métallique. Une synthèse. Ed. by Presses de l'Université du Québec. 1995. pp. 181-194.
106. P. Trespaillé-Barrau and M. Suéry. *"Microstructural and mechanical characterization of aluminium matrix composites reinforced with Ni and NiP coated SiC particles via liquid processing"*. Materials Science and Technology. June 1995. Vol. 10. pp. 497-504.
107. P. K. Rohatgi, D. Nath and S. Ray. *"Casting characteristics of machinable lead-free copper graphite alloys"*. In What the AFS literature says about...Cast Metal Matrix Composites. AFS transactions, 1993, pp. 93-104.
108. S. F. Moustafa. *"Casting of graphitic Al-Si base composites"*. Canadian Metallurgical Quarterly,

- Vol. 33, No. 3, pp. 259-264, 1994.
109. G. Williams. *"The squeeze forming of aluminium alloys"*. NATO advisory group for aerospace R&D, Neuilly-sur-Seine, Aug., 1982. pp. 8-15.
  110. Y. Sawada and M. G. Bader. *"Studies of the interface between carbon fibres and aluminium alloys in melt-infiltrated squeeze-cast metal matrix composites"*. Proceed. of the ICCM-5. San Diego, 29-30 July 1985. pp. 785-794.
  111. T. W. Clyne and M. G. Bader. *"Analysis of a squeeze-infiltration process for fabrication of metal matrix composites"*. Proceed. of the ICCM-5. San Diego, 29-30 July 1985. pp. 755-772.
  112. M. N. Gungor. *"Solidification processing of Al-4.5%Cu/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites"*. Tesis desarrollada en el Instituto Tecnológico de Massachusetts. 1986.
  113. S.-I. Towata, H. Ikuno and S.-I. Yamada. *"Carbon fibre and whisker reinforced aluminium alloys by a squeeze casting process"*. Proceed. of the ICCM-6 & ECCM-2. Vol. II. Ed. by F. L. Matthews, N. C. R. Buskell, J. M. Hodgkinson and J. Morton. 1987. pp. 2.412-2421.
  114. S. K. Verma, J. L. Dorcic. *"Manufacturing of composites by squeeze casting"*. Cast Reinforced Metal Composites. Proceed. of the International Symposium on Advances in Cast Reinforced Metal Composites. Ed. by S. G. Fishman and A. K. Dhingra. Publ. by ASM International. Chicago, 24-30 Sept. 1988. pp. 115-126.
  115. J. M. Quenisset, R. Fedou, F. Girot, Y. Lepetitcorps. *"Effect of squeeze casting conditions on e infiltration of ceramic preforms"*. Cast Reinforced Metal Composites. Proceed. of the International Symposium on Advances in Cast Reinforced Metal Composites. Ed. by S. G. Fishman and A. K. Dhingra. Publ. by ASM International. Chicago, 24-30 Sept. 1988. pp. 133-138.
  116. R. J. Sample, R. B. Bhagat, M. F. Amateau. *"High pressure squeeze casting of unidirectional graphite fiber reinforced aluminium matrix composites"*. Cast Reinforced Metal Composites. Proceed. of the International Symposium on Advances in Cast Reinforced Metal Composites. Ed. by S. G. Fishman and A. K. Dhingra. Publ. by ASM International. Chicago, 24-30 Sept. 1988. pp. 179-184.
  117. S. Turenne and J. Masounave. *"The effect of heat treatments on the resistance of aluminium metal matrix composites produced by squeeze casting"*. Processing of Ceramic and Metal Matrix Composites. Proceed. of the International Symposium on Advances in Processing of Ceramic and Metal Matrix Composites. Halifax, August 20-24, 1989. pp. 206-216.
  118. X. Dumant, E. Beaunon and G. Regazzoni. *"Designing the microstructure of squeeze-cast Al composites"*. JOM. Nov. 1989. pp. 46-51.
  119. Y. Lepetitcorps, J. M. Quenisset, G. Le Borgne and M. Barthole. *"Segregation of magnesium in squeeze-cast aluminium matrix composites reinforced with alumina fibres"*. Materials Science and Engineering, A135. (1991). pp. 37-40.
  120. J. Y. Song, Y. C. Yang and K. S. Han. *"Squeeze-casting conditions of Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> metal matrix composites with variations of the preform drying process"*. Journal of Materials Science 31 (1996). pp. 2615-2621.
  121. A. J. Papworth. *"Squeeze-casting of fibre reinforced metal matrix composites"*. Tesis desarrollada

- en el departamento de ciencia e ingeniería de materiales de la Universidad de Liverpool. 1997.
122. C. Colin, Y. Marchal, J. P. Keustermans, F. Boland et F. Delannay. "*Élaboration par forgeage liquide de composites à matrice d'aluminium renforcés par des fibres continues en acier inoxydable*". Les Composites à Matrice Métallique. Une Synthèse. Presses de l'Université du Québec. pp. 91-104.
  123. Y.-s. Choi, K.-m. Cho, I.-m. Park, K.-s. Shing and S.-h. Lee. "*Microstructure and mechanical properties of squeeze casting AZ91 Mg/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> metal matrix composite*". Proceed of the ICCM-10. Vol. II. Canada, August 14-18, 1995. pp. 51-58.
  124. J. S. H. Lo and G. J. C. Carpenter. "*Fabrication of SiC-reinforced AZ91D magnesium-based composites*". Proceed. of the ICCM-11. Vol. 3. Australia, 14-18 July 1997. pp. 688-697.
  125. F. Moll and K. U. Kainer. "*Properties of particle reinforced magnesium alloys in correlation with different particle shapes*". Proceed. of the ICCM-11. Vol. 3. Australia, 14-18 July 1997. pp. 511-519.
  126. J. K. Weeks and J. L. Sommer. "*Copper-graphite composites for thermal management*". 40th Int. SAMPE Symposium, May 8-11, 1995, pp. 1708-1717.
  127. F. Delannay, F. Huybrechts, L. Tao, F. Boland, P. Cobzaru, B. Lips and J. Wegria. "*Interface phenomena in Cu-, Al-, and Zn- based composites reinforced with continuous fibres*". Les composites à matrice métallique. Une synthèse. Presses de l'Université du Québec. 1995. pp. 223-234.
  128. J. A. Cornie. "*Advanced pressure infiltration casting technology produces near-absolute net-shape metal matrix composite components cost competitively*". Mat. Tech. 10 (3/4): 1995. pp.43-58.
  129. J. Pora, P. Le Vacon, C. Carre, P. Santini, C. Schneider and P. Merle. "*Gas pressure infiltration processing and mechanical properties of alumina and carbon fibers reinforced aluminium alloys*". Proceed. of ICCM-10. Whistler, B. C., Canada, August 1995. Vol. II. pp. 19-26.
  130. J. A. Cornie, M. L. Seleznev, B. V. Chambers, S-y Zhang and M. A. Ryals. "*Advanced pressure infiltration casting technology for metal matrix composite components*". Proceed. of the 40th International SAMPE Symposium. Vol. 2. California, May 8-11, 1995. pp. 1696-1707.
  131. Y. Kuroki, T. Kuroda, N. Yunoki and T. Tanaka. "*Effect of casting parameters on the mechanical properties of aluminium alloy matrix composites fabricated by the LPF method*". Proceed. of ICCM-10. Whistler, B. C., Canada, August 1995. Vol. II. pp. 11-18.
  132. X. M. Xi, L. M. Xiao, J. King and X. F. Yang. "*The mechanisms of pressureless infiltration of Al-Si alloy into SiC preform in air*". Proceed. of the second international conference on composites engineering ICCE/2. New Orleans, August 21-24, 1995pp. 827-828.
  133. L. M. Xiao, X. M. Xi and X. F. Yang. "*SiC-Al-Si composites by pressureless liquid infiltration in air*". Proceed. of the second international conference on composites engineering ICCE/2. New Orleans, August 21-24, 1995. pp. 829-830.
  134. C. Vaydyanathan, R. Rohrmayer and C. R. Loper. "*Centrifugal infiltration of preforms by molten aluminium alloys to form aluminium-carbon composite*". Proceed. of the ICCM/VIII. Honolulu, July 15-19, 1991. Vol. II. 17-D-1.



135. M. Koczak and K. Kumar. "*In situ process for producing a composite containing refractory material*". US Patent 4,808,372. Feb. 28, 1989
136. M. J. Koczak and M. K. Premkumar. "*Emerging technologies for the In-Situ production of MMCs*". JOM. Vol. 45, 1993. pp. 44-48.
137. A. Chrysanthou, G. Erbaccio and J. V. Wood. "*In situ preparation of copper-matrix composites*". Journal of Materials Science Letters, Vol. 12. 1993. pp. 1635-1636.
138. D. Lewis, M. Shing and S. G. Fishman. "*In situ composites*". Advanced Materials and Processes, July, 1995. pp. 29-31.
139. D. M. Kocherginsky. "*In situ formation of silicon carbide in aluminium-silicon melt*". Thesis performed at the University of Nevada. May 1995.
140. D. Lewis and M. Singh. "*Recent developments and future prospects for XD<sup>TM</sup> and Lanxide<sup>TM</sup> in situ composite materials*". In situ composites: science and technology. M. Shing and D. Lewis eds., TMS, Warrendale, PA, 1994. pp. 21-36.
141. M. Kobashi, S. Nishimura, N. Okayama and T. Choh. "*Fabrication of in situ particulate composite by injecting N<sub>2</sub> gas into molten aluminium*". Proceed. of ICCM-9. Madrid, 12-16 July, 1993. pp. 809-815.
142. C. Chunxiang and W. Renjie. "*Fabrication of in situ reacted AlN-TiC/Al composite*". Proceed. of ICCM-10. Whistler, B. C., Canada, August 1995. Vol. II. pp. 153-159.
143. A. Leatham, A. Ogilvy, P. Chesney and J. V. Wood. "*Osprey process-production flexibility in materials manufacture*". Metals and Materials, March, 1989. pp. 140-143.
144. J. Zhang, M. N. Gungor and E. J. Lavernia. "*Spray deposition processing of Al/SiC/Graphite hybrid metal matrix composites for intrinsic damping*". Proceed. of the ICCM/VIII. Honolulu, July 15-19, 1991. Vol. II. 17-H-1.
145. P. S. Jensen and W. Kahl. "*Particulate reinforced aluminium MMC's produced by spray deposition*". Metal Matrix Composites. Processing, Microstructure and Properties. 12th Riso Int. Symp., N. Hansen, D. J. Jensen, T. Leffers, H. Lilholt, T. Lorentzen, A. S. Pedersen and B. Ralph (eds.) Riso National Laboratory. Denmark. 1991. pp. 405-410.
146. M. Vedani and G. Piatti. "*Mechanical properties of Al-SiC particulate composites produced by a vacuum plasma spray co-deposition technique*". Metal Matrix Composites. Processing, Microstructure and Properties. 12th Riso Int. Symp., N. Hansen, D. J. Jensen, T. Leffers, H. Lilholt, T. Lorentzen, A. S. Pedersen and B. Ralph (eds.) Riso National Laboratory. Denmark. 1991. pp. 713-718.
147. X. Zheng, H. Liu and E. J. Lavernia. "*Reactive atomization and deposition processing of Ni<sub>3</sub>Al/Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> using N<sub>2</sub>-O<sub>2</sub> atomization*". Proceed. of ICCM-9. Madrid, 12-16 July, 1993. pp. 731-738.
148. W. Clyne, P. J. Whithers. "*An introduction to metal matrix composites*". Cambridge Solid State Science Series. Cambridge University Press. 1993.
149. Delannay, L. Froyen and A. Deruyttere. "*Review. The wetting of solids by molten metals and its relation to the preparation of metal-matrix composites*". Journal of Materials Science 22, 1987.

- pp. 1-16.
150. S. -Y. Oh, J. A. Cornie and K. C. Russell. "*Wetting of ceramic particulates with liquid aluminium alloys: Part I. Experimental Techniques*". Metallurgical Transactions A. Vol. 20A. March 1989. pp. 527-532.
  151. K. Landry. "*Contributon a l'étude du mouillage reactif: Etude du systeme aluminium/Carbone*". Thèse, L'Institut National Polytechnique de Grenoble (France), 1995.
  152. Yu. V. Naidich and Yu. N. Chuvasov. "*Wettability of solids by liquids*". Journal of Materials Science 18, 1982, p 2071.
  153. Yu. V. Naidich. "*Progress in surface and membrane science*". Ed. by D. A. Cadenhead and J. F. Danielli, Academic Press, 1981, p. 353.
  154. N. Eustathopoulos, J. C. Joud, P. Desre and J. M. Hicter. "*Improving the wettability of aluminium by ceramics*". J. Mat. Sci. 9. 1974. p. 1233.
  155. C. Zhongyu, W. Jinbo and H. Xiangui. "*The wetting characteristics and interfacial reactions of aluminium-graphite system*". Interfaces in metal-ceramic composites; Ed. by R. Y. Lin, R. J. Arsenault, G. P. Martins and S. G. Fishman; tms, 1990. pp. 233-240.
  156. Z. Lijun, W. Jinbo, Q. Jiting, N. Qiu and Q. Peixiang. "*An investigation on wetting behaviour and interfacial reactions of aluminium- $\alpha$ -alumina system*". Interfaces in metal-ceramic composites; Ed. by R. Y. Lin, R. J. Arsenault, G. P. Martins and S. G. Fishman; tms, 1990. pp. 213-226.
  157. B. F. Quigley, G. J. Abbaschian, R. Wunderlin and R. Mehrabian. "*A method for fabrication of aluminium-alumina composites*". Metallurgical Transactions A. 13A (Jan 1982). pp. 93-100.
  158. Y. Ishida, H. Ichinose, J. Wang and T. Suga. "*HREM of carbon/metal and ceramic/metal interfaces in composite materials*". Proceedings of the 46th annual meeting of EMSA. San Francisco, 1988. pp. 728-729.
  159. Y. Flom and R. J. Arsenault. "*Fracture of SiC composites*". Proc. ICCM-6/ECCM-2, Vol. 2. F. L. Matthews et al. Eds. Elsevier Publishers, 1987. pp. 189-198.
  160. Y. Takao and M. Taya. "*The effect of variable fibre aspect ratio on the stiffness and thermal expansion coefficients of a short fiber composite*". Journal of Composite Materials. Vol. 21. Feb. 1987. pp. 140-156.
  161. J. E. Hack, R. A. Page and G. R. Leverant. "*Tensile and fatigue behavior of aluminium oxide fiber reinforced magnesium composites: Part 1. Fiber fraction and orientation*". Metallurgical Transactions A. Vol. 15A, July 1984. pp. 1389-1396.
  162. J. L. Cook and W. R. Mohn. "*Whisker-Reinforced MMCs*". Engineered Materials Handbook. Vol. 1. ASM International. 1987. pp. 896-903.
  163. I. M. Robinson and J. M. Robinson. "*Review: The influence of fibre aspect ratio on the deformation of discontinuous fibre-reinforced composites*". Journal of Materials Science. 29. 1994. pp. 4663-4677.
  164. G. Bao, J. W. Hutchinson and R. M. Meeking. "*Particle reinforcement of ductile matrices against plastic flow and creep*". Acta metall. mater. Vol. 39. No. 8, 1991. pp. 1871-1882.
  165. R. B. Bhagat. "*Casting fiber-reinforced metal matrix composites*". Metal Matrix Composites:

- Processing and Interfaces. Ed. by R.K. Everett and R.J. Arsenault. Academic Press. 1991. pp. 43-82.
166. W. S. Miller and F. J. Humphreys. "*Strengthening mechanisms in metal matrix composites*". Fundamental relationships between microstructure and mechanical properties of metal-matrix composites. P. K. Liaw and M. N. Gungor (eds.), TMS, Warrendale, Pa., pp. 517-541.
167. R. J. Arsenault, L. Wang and C. R. Feng. "*Strengthening of composites due to differences between coefficients of thermal expansion*". Mat. Sci. & Eng. 1986. Vol. 81. pp. 175-187.
168. J. Dinwoodie, E. Moore, C. A. J. Langman and W. R. Symes. "*The properties and applications of short staple alumina fibre reinforced aluminium alloys*". Proceed. of the ICCM-V. W. C. Harrigan, J. Strife and A. K. Dhingra editores. TMS. 1985. pp. 671-685.
169. B. Dutta and M. K. Surappa. "*Age-hardening behaviour of Al-Cu-SiCp composites synthesized by casting route*". Scripta Metallurgica et Materialia, Vol. 32, No. 5. 1995. pp. 731-736.
170. A. Dlouhy, N. Merk and G. Eggeler. "*A microstructural study of creep in short fibre reinforced aluminium alloys*". Acta Metallurgica et Materialia. Vol. 41, No. 11, pp. 3245-3256. 1993. pp. 3245-3256.
171. M. Taya. "*Creep behavior of metal matrix composites*". Metal Matrix Composites: Mechanisms and Properties. Ed. by R. K. Everett and R. J. Arsenault. 1991. pp. 169-215.
172. D. C. Dunand and B. Derby. "*Creep and thermal cycling*" in Fundamentals of Metal Matrix Composites. Ed. by S. Suresh, A. Mortensen and A. Needleman. Butterworth-Heinemann. 1993. pp. 191-214.
173. M. McLean. "*Modelling of creep deformation in metal matrix composites*". Proceed. of the ICCM-5. San Diego, 29-30 July 1985. pp. 37-51.
174. M. Taya and R. J. Arsenault. "*Chapter 3: Basic Mechanical Behavior*" in Metal Matrix Composites. Thermomechanical Behavior. Pergamon-Press. 1989. pp. 47-112.
175. J. K. Lee, M. Taya and D. J. Lloyd. "*Dimensional change of metal matrix composites subjected to creep/thermal cycle loading*". Proc. of ICCM-10, Whistler, British Columbia, Canada. August 14<sup>th</sup>-18<sup>th</sup>, 1995. Vol. II. pp. 613-620.
176. G. Gagnon and F. Rézai-Aria. "*In situ thermal cycling of a short fiber metal matrix composite*". Proc. of ICCM-10, Whistler, British Columbia, Canada. August 14<sup>th</sup>-18<sup>th</sup>, 1995. Vol. II. pp. 361-367.
177. S. J. Harris. "*Developments in particulate and short fibre composites*". AGARD Lecture Series No. 174 on New Light Alloys. Neuilly-sur-Seine, France, 1990. p. 4-1.
178. J. K. Shang and R. O. Ritchie. "*On the particle-size dependence of fatigue-crack propagation thresholds in SiC-particulate-reinforced aluminum-alloy composites: role of crack closure and crack trapping*". Acta Metallurgica. Vol. 37, No.8.1989. pp. 2267-2278.
179. J. K. Shang and R. O. Ritchie. "*Crack bridging by uncracked ligaments during fatigue-crack growth in SiC-reinforced aluminium-alloy composites*". Metallurgical Transactions A. Vol. 20<sup>a</sup>, May 1989. pp. 897-908.
180. J. K. Shang and R. O. Ritchie. "*Fatigue of discontinuously reinforced metal matrix composites*".

- Metal Matrix Composites: Processing and Interfaces. Ed. by R.K. Everett and R.J. Arsenault. Academic Press. 1991. pp. 255-285.
181. P. Giridhar and M. K. Surappa. "*Effect on ageing on impact fracture behaviour of 2024Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>p composites made by casting route*". Proceed. of ICCM9. Madrid, 12-16 July, 1993. pp. 219-226.
182. J. I. Song and K. S. Han. "*Fracture toughness evaluation of hybrid metal matrix composites*". Proceed. of the ICCM-11. Vol. 3. Australia, 14-18 July 1997. pp. 327-336.
183. A. B. Pandey, B. S. Majumdar and D. B. Miracle. "*Effects of thickness and precracking on the fracture toughness of particle-reinforced Al-Alloy composites*". Metallurgical and Materials Transactions A. Vol 29, April 1998. Pp. 1237-1243.
184. M. Hosking, F. Folgar Portillo, R. Wunderlin and R. Mehrabian. "*Composites of aluminium alloys: fabrication and wear behaviour*". Journal of Materials Science. 17 (1982). pp 477-498.
185. A. García. "*Optimización y estudio de un composite aluminio-silicio reforzado con fibras cortas de alúmina*". Tesis doctoral presentada en la Universidad Politécnica de Cataluña. Barcelona, Julio de 1996.
186. S. Kim, S. Kang, I. Park, S. Kim, I. Choi. "*Fabrication and properties of reaction squeeze casting (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · SiO<sub>2</sub>+Ni)/Al hybrid metal matrix composites*". Proceed. of the ICCM-11. Vol. 3. Australia, 14-18 July 1997. pp. 164-172.
187. Y. Liu, P. K. Rohatgi and S. Ray. "*Tribological characteristics of aluminum-50 vol pct graphite composite*". Metallurgical Transactions A. Vol 24A (1993). pp 151-159.
188. M. Rabinovitch, M.H. Vidal-Setif, J.C. Daux, J. L. Raviart, J. L. Gerard, R. Mevrel, M. Lancin, O. Perez. "*An approach to optimize interfaces in carbon/aluminium and carbon/magnesium metal matrix composites elaborated by hot pressing*". Proceedings of the ICCM/9. Vol.1. Madrid, 12-16 July, 1993. pp. 683-690.
189. D.D. Himbeault, R.A.Varin and K.Piekarski. "*Carbon fibers coated with chromium carbide using the liquid metal transfer agent technique*". Metallurgical Transactions A. Vol. 20<sup>a</sup>. January 1989. Pp 165-170.
190. Chen Xiu-Qin and Hu Geng-Xiang. "*A TEM investigation on the interfaces of carbon-fiber reinforced aluminum composites*". Interfaces in Polymer, Ceramic and Metal Matrix Composites. Ed. Elsevier. 1988. pp. 381-388.
191. C.J. Quak and W.H. Kool. "*Properties of semi-solid aluminium matrix composites*". Mat. Sci. and Eng. January 1994. Pp. 1-7.
192. S. P. Rawal, L. F. Allard and M. S. Misra. "*Characterization of interface structure in Gr/Al and Gr/Mg composites*". Proceed. of the ICCM6 & ECCM2. Vol. 2. London, 20-24 July 1987. pp. 169-182.
193. L. J-Fu, M Schmerling and H. L. Marcus. "*Interface studies of aluminium metal matrix composites*". Composite Materials: Fatigue and Fracture. ASTM Technical Publication. Symposium held at Dallas, Texas 24-25 October 1984. pp. 51-72.
194. K. Suganuma. "*Interfaces in fiber/whisker-reinforced alloys*". Mechanical Properties of Metallic Composites. Ed. S. Ochiai. 1994, pp. 705-738.

195. F. A. Badia and P. K. Rohatgi. "*Dispersion of graphite particles in aluminium castings through injection of the melt*". AFS Transactions ASM, 76.1969. pp. 402-406.
196. K. G. Satyanarayana, B. C. Pai, M. C. Shaji, S. G. K. Pillai, K. Sukumaran and A. D. Damodaran. "*Fabrication and evaluation of Al alloy-graphite composite chain switches*". Indian Journal of Technology. Vol. 27, April 1989, pp. 185-188.
197. B. K. Prasad, T. K. Dan and P. K. Rohatgi. "*Pressure die-cast aluminium-silicon-graphite composites*". Advances in composite materials. Bombay, India, 15-18 Jun. 1990. Oxford press. 1991. pp. 253-263.
198. S. F. Moustafa. "*Casting of graphitic Al-Si base composites*". Canadian Metallurgical Quarterly. Vol. 33. No 3, pp. 259-264. 1994. pp. 259-264.
199. M. Gupta, S. C. Lim and W. B. Ng. "*Processing, microstructure, and mechanical properties of (Al-Cu)/C composites synthesised using partial liquid phase casting process*". Materials Science and Technology. July 1997. Vol. 13. pp. 584-589.
200. L. F. Allard, S. P. Rawal and M. S. Misra. "*Characterization of interfaces in metal matrix composites*". JOM. October 1986. Pp. 40-42.
201. S. Quanwu, G. Shuqi, G. Wenxu and T. Fenjun. "*The interface reaction of C/Al and Gr/Al composites*". Interfaces in metal-ceramics composites. Ed. R. Y. Lin, R. J. Arsenault, G. P. Martins and S. G. Fishman. 1989. pp. 227-233.
202. G. D. Zhang, S. R. Feng, Q. Li, J. T. Blucher and J. A. Cornie. "*Control of interface reactions between P-55 fibers and aluminium alloy matrices during pressure infiltration processing*". Controlled Interphases in Composite Materials. Ed. H. Isida. 1990. pp. 343-357.

## ***CAPITULO 2***

**Sistema y Tecnología de  
Fabricación Elegidos. Diseño y  
Puesta a Punto del Sistema de  
Fabricación**

## 2.1.- INTRODUCCIÓN

En el presente capítulo se tratará con detalle la elección del sistema matriz-refuerzo así como de los sistemas de fabricación de composites aluminio-carbono. El diseño, montaje y puesta a punto de los dispositivos de fabricación de composites es el principal punto de discusión de este capítulo, a la vez que constituye uno de los principales objetivos de la presente investigación. Como se ha comentado en el anterior capítulo introductorio, en la presente investigación se pretende optimizar aquellos procesos de fabricación de materiales compuestos de matriz metálica (en nuestro caso concreto aluminio reforzado con fibra corta de carbono) que tengan un interés industrial, es decir, *que sean susceptibles de ser introducidos en producción a gran escala de composites para diferentes aplicaciones*. Ello limita el campo de investigación a aquellos métodos de fabricación por vía líquida, ya sea a través de la adición y mezcla en estado líquido del refuerzo o a la infiltración de preformas a través del proceso de forja líquida o squeeze casting, éste último de gran interés para el desarrollo de componentes reforzados localmente. El diseño y montaje de ambos procesos se llevará a cabo en escala de planta semi-piloto, fabricando piezas de tamaño pequeño y sencilla geometría, pero que a su vez permita extrapolar los resultados alcanzados a una hipotética producción en planta industrial.

La cuidada elección tanto de una adecuada aleación de aluminio como del refuerzo que se le va a añadir, hará posible que el material compuesto tenga el nivel de prestaciones adecuado para el componente a desarrollar. Para ello será escogida una aleación de aluminio con elementos aleantes que disminuyan la reactividad entre fibra y matriz, siempre tan crítica en el sistema aluminio-carbono fabricado por vía líquida. Además, dichos aleantes podrán mejorar, en la medida de lo posible, la mojabilidad con el carbono, aumentando en gran medida las posibilidades de alcanzar éxito en la investigación. Como criterio de selección para dichos aleantes, no solamente debe considerarse su mayor compatibilidad, sino tener en cuenta también otro tipo de consideraciones, tales como su disponibilidad comercial, actual utilización en componentes industriales, etc.

Además, se profundizará en el estudio de los principales métodos de mejora de la compatibilidad aluminio-carbono existentes, así como la elección y puesta a punto del más adecuado para la presente investigación. De esta manera, el método denominado deposición química (“electroless plating”) y, más en concreto, el revestimiento de la fibra de carbono con cobre, se ha considerado como el método más interesante, atendiendo a una serie de razones que posteriormente se explicarán en detalle. La mejora de la mojabilidad aluminio-carbono debido a la existencia de dicho revestimiento, no solo será importante en cuanto a la obtención de una intercara aluminio-carbono más óptima, sino que se incrementará la velocidad de adición del refuerzo a la matriz en estado líquido, a la vez que será necesaria una menor presión para la infiltración efectiva de preformas con metal líquido a través del método de forja líquida. Por otro lado, la reducción de la formación de carburos de aluminio altamente frágiles en la intercara así como la menor degradación del refuerzo durante el proceso de fabricación, serán otras importantes mejoras que se pueden conseguir mediante la utilización de revestimientos.

## **2.2.- SISTEMA MATRIZ-REFUERZO ELEGIDO**

En adelante se expondrán los criterios que se han seguido en la elección tanto de la matriz como del refuerzo a utilizar en la presente investigación.

### **2.2.1.- Matriz**

Previo al proceso de fabricación del material compuesto es necesario hacer un estudio previo de la matriz que va a constituir dicho material, puesto que sus propiedades van a depender principalmente de las propiedades de ésta y de su compatibilidad con la fibra.

La elección de la aleación a utilizar se hizo principalmente atendiendo a varios factores de interés:

- a) *Que fuera una aleación de aluminio típica de moldeo.*- Puesto que los dos procesos de fabricación de materiales compuestos incluyen la fusión de la aleación y su colada,



será necesaria la utilización de una aleación con elevada fluidez. En el caso de la fabricación de materiales compuestos por mezcla en estado líquido es más importante aún si cabe la utilización de aleaciones con elevada fluidez, ya que la adición del elemento sólido reforzante disminuirá esta capacidad en gran medida, siendo dicha disminución menos limitadora si se trata de una aleación con baja viscosidad. Aunque más adelante se tratará el tema con mayor extensión, la elección de una aleación con alta viscosidad conllevaría la imposibilidad de llevar a cabo la colada, y menos aún si ésta se lleva a cabo por gravedad, aunque, como se verá mas adelante, esta posibilidad se desechó en los primeros estadios de la investigación.

El proceso de fabricación de composites por infiltración de preformas porosas permite tanto la utilización de aleaciones de forja como de fundición. No obstante, la utilización de una aleación diferente al otro sistema de fabricación haría mucho mas larga y compleja la investigación.

- b) *Fácil de adquirir y relativamente barata.*- La presente investigación no trata de buscar la aleación mas adecuada para la fabricación de este tipo de composites, ya que ello requeriría formular nuevas aleaciones y, por tanto, sería un impedimento mayor para su uso industrial.
- c) *Con amplio intervalo sólido-líquido.*- Dentro de la tecnología de fabricación por adición del refuerzo cuando la matriz est vigorosamente agitada en estado líquido ó semi-sólido, se pretende hacer también una valoración de las ventajas e inconvenientes de la adopción de una de las tres variantes del proceso: rheocasting, compocasting y stir-casting, explicadas con detalle en el primer capítulo. Las tecnologías del rheocasting y compocasting se basan en la adición del refuerzo cuando la matriz está en estado sólido. Por ello, es interesante trabajar con una aleación que tenga un intervalo sólido-líquido grande, lo que permitirá un mayor margen de maniobra para hacer la adición de la fibra a diferentes porcentajes de fase sólida de la matriz, y estudiar el efecto que produce.

- d) *Aleación utilizada en componentes de automoción.*- Puesto que se trata de desarrollar un producto para su utilización industrial, la aleación debería ser utilizada habitualmente para este mercado.
- e) *Compatible con la matriz.*- La aleación deberá ser lo menos reactiva posible con la matriz, ya que las condiciones de fabricación favorecerán en gran medida la formación de compuestos frágiles en la intercara (principalmente  $\text{Al}_4\text{C}_3$ ).

Previo a la elección de la matriz a utilizar en la presente investigación, se hizo un estudio bibliográfico que permitiera prever, en la medida de lo posible, la influencia de los diferentes elementos aleantes de las aleaciones de aluminio en la reactividad y mojabilidad con la fibra de carbono. En adelante, de acuerdo con la bibliografía científica, se verá el efecto que tienen los elementos aleantes que habitualmente más se utilizan con aluminio:

- Cobre<sup>1,2,11</sup>. - La influencia que tiene este elemento aleante en las propiedades del composite fabricado se debe mas a la formación del intermetálico  $\text{CuAl}_2$ , que a la influencia que pueda tener como incrementador/reductor en la formación del  $\text{Al}_4\text{C}_3$  en la intercara. La precipitación de  $\text{CuAl}_2$  en la intercara no tiene efectos positivos ya que es frágil, sin embargo puede disolverse a través de un adecuado tratamiento térmico. La solubilidad en fase sólida del cobre en el aluminio es cercana al 3%, lo que quiere decir que a través de un tratamiento térmico de solubilización podría disolverse la mayor parte de éste intermetálico formado, siempre y cuando la formación no sea extensiva y el tamaño de los precipitados excesivamente grande. Además, éste elemento aleante tampoco mejora la mojabilidad fibra-matriz ya que en ningún caso disminuye la tensión superficial de la aleación de aluminio.
- Magnesio.- El contenido en magnesio disminuye la reactividad del aluminio con el carbono a las temperaturas del proceso. Varios trabajos se han centrado en la comparación de la reactividad entre aluminio puro y aleaciones Al-Mg, encontrándose una sensible menor reactividad<sup>3,4</sup>. Composites con éste tipo de aleaciones sometidos a tratamiento térmico severo a temperaturas superiores a 773 K, no mostraron la formación generalizada de carburos de aluminio, permaneciendo la fibra sin sufrir apenas degradación<sup>5,6</sup>.

- Silicio<sup>5,7</sup>. - El carbono no es muy activo en la mayoría de las aleaciones Al-Si, por lo que habitualmente no sufren una gran reactividad en procesos como la forja líquida, donde el tiempo de contacto entre metal fundido y carbono es corto. Sin embargo, en procesos de mezcla en estado líquido, donde el carbono permanece sumergido en el aluminio durante un espacio de tiempo relativamente grande, la reactividad es mucho mayor. En cualquier caso, diferentes estudios han demostrado su menor actividad en comparación con el aluminio puro y aleaciones binarias como Al-Ti. Recientes estudios han demostrado que en composites aluminio-carbono sometidos a tratamientos térmicos de larga duración, la formación de carburos de aluminio en la superficie de la fibra y, por tanto, degradando las propiedades mecánicas de la misma, se reduce en gran medida cuando la matriz tiene un contenido en silicio cercano al eutéctico (12%)<sup>14</sup>.
- Talio, Plomo o Indio<sup>5</sup>. - Disminuyen la tensión superficial del aluminio de manera que logran mejorar la mojabilidad con el carbono. En cualquier caso, estos elementos aleantes no son precisamente muy utilizados en la industria, siendo estos estudios únicamente dirigidos a una vertiente científica, y no industrial.
- Titanio<sup>10,12</sup>. - Mejora las propiedades del producto final por ser un afinador del grano del silicio en las aleaciones típicas de fundición. Por otra parte, cuando se utiliza como elemento aleante de la matriz en una mayor proporción (aleaciones Al-Ti) puede disminuir la reacción Al-C y, por tanto, la formación del  $Al_4C_3$ . Durante el proceso de fabricación, tiene lugar un proceso de difusión del Ti presente en la matriz hacia la fibra y aparece el producto de reacción TiC (de menor energía de formación que el  $Al_4C_3$ ), convirtiéndose de esta manera en una barrera de paso del Al hacia la fibra de carbono.
- Zirconio, Cerio<sup>13</sup>. - La adición de pequeñas cantidades de zirconio mejora la unión con el refuerzo. Sin embargo, si el contenido en este elemento es superior a 0,2-0,3%, la adhesión con la matriz empeora, dando lugar al fenómeno del pull-out en superficies de fractura, especialmente después de tratamientos térmicos a alta temperatura ( $T^a=873$  K). El cerio en pequeñas adiciones, por otro lado, da lugar a intercaras mucho más fuertes, pero, al mismo tiempo, se produce una disminución en la resistencia a tracción debido a un prematuro fallo de la fibra. Ambos elementos disminuyen la formación de carburo de aluminio en la intercara fibra-matriz, aunque en el caso del zirconio, cuando

está acompañado de silicio, acelera la formación de carburos, dando lugar a una disminución de las propiedades finales del composite.

- Cloruros<sup>13,14</sup>.- Algunos autores han utilizado la adición de cloruros a la matriz de aluminio e, incluso, a la superficie de la fibra de carbono, para mejorar la mojabilidad del aluminio sobre la fibra. Dichos autores han reportado una disminución de la tensión superficial del metal líquido y por tanto una mejor mojabilidad.

Basándonos en todas las premisas anteriormente establecidas y en las conclusiones del estudio sobre la influencia de los elementos aleantes en las propiedades finales de los composites Al-C, se llegó a la conclusión de que la aleación que mejor podría responder a los requisitos era la aleación **AS7G-06** según nomenclatura francesa (357.0 en la normativa ASTM). Se escogió ésta modalidad de la aleación AS7G (tiene varios contenidos en magnesio) principalmente por su bajo contenido en hierro, lo que va a dar lugar a una menor formación de fases de hierro de elevada fragilidad. Con posterioridad a la elección de la matriz en la presente investigación, algunos autores han publicado trabajos en los que también la han señalado como una de las mejores candidatas para la fabricación de composites de matriz de aluminio<sup>15</sup>.

### **2.2.2.- Fibra**

Como en el caso de las aleaciones de aluminio, la gran variedad de diferentes tipos de fibra es enorme, dando lugar a diferentes niveles de reactividad con aluminio u otra matriz a la que se añada. No obstante, las fibras que se pueden adquirir en el mercado son básicamente ex-PAN y pitch, dentro de las cuales se pueden distinguir fibras de alta resistencia y fibras de alto módulo, dependiendo del grado de grafitización que tengan (a mayor grado de grafitización mayor rigidez, por tener mayor grado de perfección cristalina). Es claro que la reactividad de las diferentes fibras con las diferentes matrices depende básicamente del estado superficial de dichas fibras<sup>16</sup>, y por tanto de los tratamientos superficiales que se le den previo a su adición a la matriz. Ello dará lugar a una mejor adherencia a la matriz, aunque las propiedades de la fibra se vean afectadas de alguna manera<sup>17</sup>.

Varios trabajos se han centrado en el estudio de la reactividad de las diferentes fibras con matrices de aluminio<sup>3,8,9</sup>. En este tema hay cierto acuerdo en que, debido al especial estado superficial de las fibras pitch (de brea ó de carbón), éstas sufren una menor reactividad con el aluminio en iguales condiciones que las ex-PAN (siglas de *poly acrílo nitrilo*). No obstante, dentro de las diferentes fibras de esta clase existen diferentes comportamientos, aunque ni en el mejor de los casos la reactividad se evita al cien por cien<sup>18</sup>.

Por otro lado, un mayor grado de grafitización de la fibra ha demostrado disminuir la reactividad. Por ello tienen una mejor compatibilidad con aluminio las fibras de carbono de alto módulo en comparación con las de alta resistencia.

*La existencia de una capa de carbono pirolítico en la superficie de la fibra también constituye un elemento protector de la fibra*<sup>15</sup>. En este sentido, es importante señalar que una nueva generación de fibras con alta conductividad térmica y eléctrica, a la vez que muy interesantes comercialmente, puesto que se pueden fabricar a precios muy inferiores a las fibras actuales, pueden obtenerse con recubrimientos de carbono pirolítico, lo que les puede hacer altamente compatibles con matrices de aluminio (*VGCF*, siglas de “*vapor grown carbon fibre*”). Este nuevo tipo de fibra, que además puede fabricarse con la longitud deseada, tiene un elevadísimo potencial de aplicación en un gran número de aplicaciones que necesiten una alta disipación de calor.

Ya que estas últimas fibras aún no están disponibles en el mercado, se ha decidido trabajar con fibras de alto módulo en la presente investigación. Sin embargo, a pesar de lo aquí expuesto en cuanto a que las fibras “pitch” tienen una mejor compatibilidad con la matriz que las fibras ex-PAN, se ha decidido el uso de estas últimas por razones meramente económicas. El precio de las fibras “pitch” es lo suficientemente elevado como para que su aplicación en composites de estas características y con el objetivo de ser utilizadas a gran escala sea inviable. Por otra parte, la disponibilidad en el mercado de este tipo de fibra en longitudes cortas es mucho menor que para las fibras “ex-PAN”. Por supuesto, se decidió la utilización de fibras de alto módulo, puesto que varios autores han demostrado su menor reactividad con aleaciones de aluminio.

### 2.3.- ESTUDIO PRELIMINAR SOBRE EL MATERIAL MATRIZ

La aleación AS7G-06 tiene una composición y características mecánicas señaladas en las Tablas 2.1 y 2.2 (datos proporcionados por INESPAL<sup>19</sup>). Es una aleación de moldeo con un contenido en silicio suficientemente alto como para que tenga buena colabilidad. El contenido en hierro está por debajo de 0,2%, es decir que tendrá poca influencia en la disminución de la deformación a rotura de la aleación, *puesto que éste elemento aleante tiene una influencia muy negativa en este aspecto por encima de un contenido superior al anteriormente señalado*. El contenido en magnesio es relativamente alto, confiriéndole a la aleación una alta resistencia a rotura y módulo de elasticidad, mientras que se disminuye el alargamiento a rotura. Este elemento aleante hace que la aleación sea tratable térmicamente al poner en solución el compuesto  $Mg_2Si$ , por lo que la aleación requiere un tratamiento térmico T6 (solubilización a alta temperatura seguido de temple y envejecimiento seguido de enfriamiento al aire) para conseguir alcanzar las propiedades óptimas.

Aleación	Elementos	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ti	Otros
L-2653-60	Mínimo	6,5	-	-	-	0,40	-	0,10	-
	Máximo	7,5	0,25	0,10	0,10	0,65	0,10	0,20	0,15

**Tabla 2.1.- Composición exigida para la aleación AS7G06.**

El contenido en titanio señalado tiene un efecto beneficioso en las propiedades mecánicas ya que es el típico afinador del tamaño de grano y, por tanto, reduce la formación de microrrechupes. Este contenido de titanio ha sido elegido para evitar la formación del compuesto intermetálico  $Ti_3Al$  de elevada dureza y fragilidad, lo que podría constituir la aparición de puntos duros de difícil mecanizado.

La colabilidad se ve influenciada por la utilización de elementos modificadores de la estructura del eutéctico, tales como el sodio y el estroncio, aunque éste último tiene una influencia mucho menor.

La tendencia a la formación de microrrechupes en esta aleación se puede considerar media entre las aleaciones de aluminio de moldeo, y será mayor cuantos menores contenidos en hierro y manganeso, y altos en magnesio tenga.

La Tabla 2.2. señala las características mecánicas de la aleación medida en probetas coladas aparte. Esta aleación no tiene muy buenas características mecánicas a altas temperaturas, disminuyendo sus propiedades rápidamente por encima de 423 K, aunque estas variaciones se ven altamente influenciadas por el tratamiento térmico y el tiempo de permanencia a la temperatura de ensayo.

Tipo de Moldeo	Trat. Térmico	Resist. Min. (N/mm <sup>2</sup> )	Lim. Elástico (N/mm <sup>2</sup> )	Alarg. (%)	Dureza Brin. (N/mm <sup>2</sup> )
ARENA	Bruto	130	90	2	60
	T6	260	205	3	90
COQUILLA	Bruto	160	100	3	65
	T6	285	205	4	100

**Tabla 2.2.- Características mecánicas exigidas para la aleación AS7G06.**

Sin embargo, como en todas las aleaciones de aluminio, las características a baja temperatura son algo mayores, ya que no presentan fenómenos de fragilización como ocurre en los aceros.

### 2.3.1.- Composición química y fusión de la aleación

Como se ha dicho en el apartado anterior, una de las premisas básicas en la elección de la aleación ha sido su composición química, ya que de ella depende tanto la reactividad con el aluminio durante el proceso de fabricación del composite como la mejora de la mojabilidad matriz-refuerzo.

La composición química de los lingotes adquiridos a INESPAL corresponde a la descrita en la Tabla 2.3 y como se puede comprobar está dentro de los límites que marca la norma.

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ti	Ni	Ca	P
7,05	0,14	0,01	0,01	0,51	< 0,01	0,15	< 0,01	5x10 <sup>-4</sup>	< 10 <sup>-3</sup>

**Tabla 2.3.- Composición química de los lingotes adquiridos a INESPAL**

Esta aleación, típica de fundición por gravedad, requiere un manejo especialmente cuidadoso debido a su tendencia a disolver gases en su interior, dando lugar a la aparición de gran cantidad de porosidad.

Es especialmente importante mantener todos los elementos aleantes dentro de los límites si se quiere obtener una aleación con todas las características mecánicas deseables. Por ello es aconsejable que se utilice solamente aluminio de primera fusión o que la cantidad de retornos (refusiones) sea lo menor posible. En la presente investigación todo el aluminio utilizado fue de primera fusión, no habiendo recurrido nunca a utilización de piezas ya coladas.

La fusión se debe realizar lo más rápido posible, evitando de esta manera tanto una oxidación severa como aparición de demasiadas porosidades. El tratamiento de modificado del silicio eutéctico se ha de hacer con especial cuidado por dos razones principales:

- a.- Si el modificado se hace con estroncio la tendencia a absorber gases se multiplica. Ello obliga a cortos tiempos de permanencia del caldo en estado fundido antes de colar y a una elevada velocidad de solidificación (en caso contrario aparecerán porosidades).
- b.- El modificado con sodio es mucho más adecuado en este tipo de aleaciones ya que no aumenta la tendencia a la disolución de gases en el caldo. El inconveniente está en que el modificado con sodio, a diferencia del estroncio, tiene su efecto limitado en el tiempo, es decir el caldo no debe estar mucho tiempo (mas de 30 minutos) en estado fundido, puesto que el modificado se pierde. Esto será problemático cuando se trate de fabricar el composite ya que se requiere un tiempo relativamente largo para llevar a cabo el proceso de mezcla y homogeneización de la distribución de fibra. Además, la adición de sodio tiene una notable influencia negativa en la colabilidad de la aleación.

El propio contenido en Ti de la aleación es suficiente para conseguir un afino de grano correcto, por lo que no será necesario una adición posterior.



Los pasos seguidos para conseguir unos resultados aceptables en la fundición de esta aleación son los siguientes:

1. Fundir hasta 993 K lo más rápido posible. Es importante que la aleación no permanezca en estado líquido excesivo tiempo. Esto es un gran inconveniente en nuestra investigación, puesto que la adición del elemento reforzante mientras que la aleación está agitándose requiere un relativamente largo espacio de tiempo. En cualquier caso, este problema existirá con cualquier tipo de aleación de aluminio que se utilice, puesto que para cualquiera de ellas siempre es aconsejable un tiempo de fusión corto. Durante las pruebas de fabricación de composites mediante ésta técnica siempre se ha intentado minimizar el tiempo de fusión de la aleación, como se explicará mas adelante.
2. Añadir a la superficie del caldo un agente desescoriente (0,3% en peso de la aleación fundida) y dejar varios minutos antes de desescoriar.
3. Desgasificar (4-5 minutos con ligero barboteo de argón). En la presente investigación, el proceso de desgasificación durante el proceso de fabricación de composites no se ha llevado a cabo como es requerido para la aleación no reforzada por varios motivos: cuando se trata de la fabricación de composites por mezcla en estado líquido, el tiempo en el que la aleación está fundida y agitándose es relativamente grande, por lo que la desgasificación se debería realizar después de la operación de adición del refuerzo. Sin embargo, si dicha operación se llevara a cabo, el refuerzo añadido sería arrastrado hasta la superficie y eliminado del caldo. En el caso de la forja líquida, dicha operación se podría realizar, pero la propia aplicación de presión durante el conformado expulsa los gases del interior de la aleación, lo que hacen innecesaria la desgasificación previa. Este efecto de falta de aparición de gases después de aplicar presión en aleaciones no desgasificadas ha sido comprobado en multitud de ocasiones por gran cantidad de investigadores.
4. Desescoriar y hacer el modificado. Si se trata de modificado con sodio se deberá extender un 1% de sales de sodio (su nombre comercial es Aluflux CX BTK) en la superficie del caldo, esperar 3 minutos a que se fundan e introducir en el caldo con campana. En el caso de que se haga el modificado con

estroncio, se deberá añadir al caldo la suficiente cantidad de aleación madre de estroncio como para que se llegue al 0,03% final. En nuestro caso concreto, se ha elegido la segunda opción de modificado, como se explicará mas adelante.

5. Desescoriar y colar. La temperatura de colada deberá ser lo mas baja posible compatible con buen llenado y reproducibilidad del molde. Se aconseja una temperatura de colada entre 993 y 1043 K dependiendo del tipo de colada, pieza y molde.

### 2.3.2.- Experimentación

Se han realizado varias experiencias de colada de la aleación tanto en arena como en coquilla (colada por gravedad y forja líquida) con el fin de obtener un material con microestructura y propiedades mecánicas adecuadas, que nos asegure que tenemos un material con las características señaladas por el suministrador. Las pruebas de colada en arena se llevaron a cabo únicamente para conocer la colabilidad y la microestructura obtenida a través de esta técnica de moldeo, puesto que no se utilizó en la experimentación posterior. Se hicieron estudios de microestructura y ensayos de tracción a temperatura ambiente que confirmaran los datos dados por el suministrador.



**Figura 2.1.-** Molde de arena utilizado en las pruebas de colada de la aleación AS7G06.

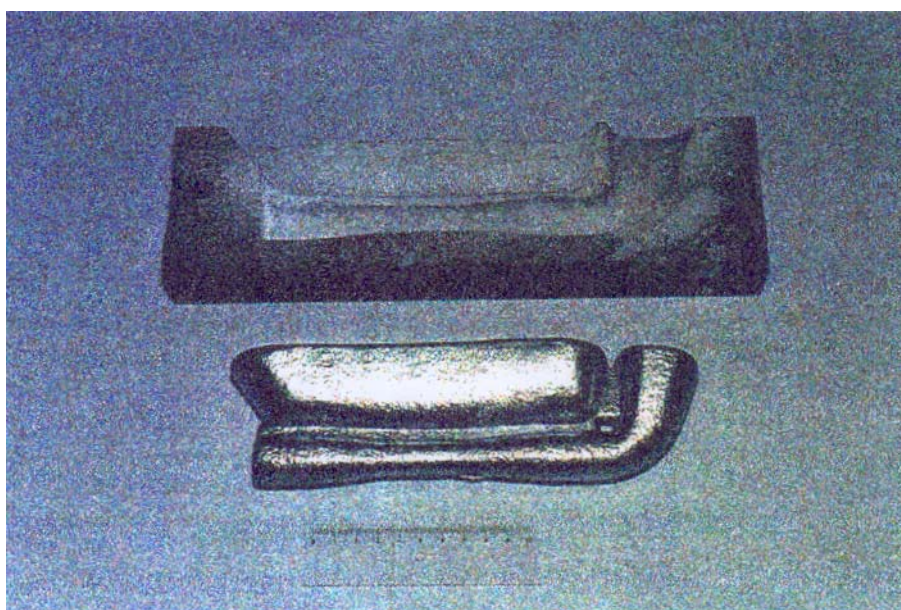
### 2.3.2.1- Pruebas de Moldeo

En la Figura 2.1 podemos observar una fotografía del molde de arena utilizado en las experiencias realizadas en este estado de la investigación. Este es un probetero típico de fundición del cual, con un posterior mecanizado, se pueden obtener dos probetas de tracción para ensayo. El molde se protege con una pintura de zircona para evitar que el aluminio reaccione con los productos químicos utilizados en la fabricación del molde.

Se hicieron varias coladas variando tanto la temperatura de colada (993-1003 K) como el tipo de modificado (estroncio y sodio).

Las pruebas de colada en coquilla se llevaron a cabo en el molde mostrado en la Figura 2.2, para establecer una comparación con las anteriores probetas. El probetero se calentó a 623 K para llevar a cabo la colada.

Además de realizarse varias pruebas de colada en dicho molde variando la temperatura de colada (993-1003 K) y tipo de modificado del eutéctico (estroncio y sodio), se llevó a cabo una prueba de compocasting (agitación en estado semi-sólido, subida al estado líquido y colada). Para éstas pruebas, se intentó utilizar el probetero anteriormente mostrado, pero debido a la alta viscosidad fue prácticamente imposible, llevándose la colada en una lingotera. En esta prueba también se comprobó el estado viscoso de la



**Figura 2.2.-** Coquilla metálica utilizada en las pruebas de colada de la aleación AS7G06.

aleación en el intervalo solidus-liquidus, comprobándose una elevadísima viscosidad a una temperatura cercana a los 878 K, que haría realmente complicada la adición del refuerzo y su posterior colada. Estos datos se refrendaron a través del estudio de dicho intervalo mediante un análisis térmico diferencial, cuyos resultados serán mostrados mas adelante. Probetas obtenidas de los lingotes moldeados fueron estudiadas únicamente metalográficamente, ya que la existencia de poros y rechupes no permitían llevar a cabo ensayos mecánicos.

La prueba de compocasting se llevó a cabo de la misma manera que posteriormente se utilizó en la fabricación de composites, es decir fusión de la aleación y tratamientos, bajada a estado semi-sólido, agitación, subida al estado líquido y colada. La temperatura de colada en este caso fue de 983 K, realizándose el modificado con sodio. El agitador (de grafito) se introdujo en el caldo a una temperatura de 893 K, se bajó la temperatura hasta 868 K mientras se hacía una agitación a 1000 r.p.m., temperatura a la cual, debido a la elevadísima viscosidad del caldo, se empezó otra vez a subir hasta la temperatura de colada. La pieza obtenida fue de forma cilíndrica (110 mm de diámetro) con un espesor de 27 mm en el perímetro y 25 en el centro de la pieza.

De la misma manera se hizo una colada con aplicación de forja líquida (temperatura 1013 K) modificado con estroncio. Una caracterización mecánica de materiales no reforzados mucho más extensiva obtenidos mediante ésta tecnología se llevó a cabo posteriormente durante el estudio de fabricación de composites y su comparación con la aleación no reforzada fabricada en el mismo estado (capítulos 3 y 4 de la presente investigación).

El utillaje utilizado para ésta prueba y durante toda la investigación se muestra en las Figuras 2.3 y 2.4, viéndose un detalle del molde y su disposición en la prensa hidráulica respectivamente. No obstante, su diseño, fabricación y puesta a punto se describirá en detalle mas adelante en el presente capítulo 2.



**Figura 2.3.-** Molde metálico para las pruebas de colada y aplicación de forja líquida de la aleación AS7G06.



**Figura 2.4.-** Molde y pistón para forja líquida o squeeze casting colocados en la prensa hidráulica.

### **2.3.2.2- Tratamientos Térmicos**

Como anteriormente se ha explicado, la presente aleación requiere un tratamiento térmico de solubilización de los compuestos intermetálicos  $Mg_2Si$  formados en el proceso de moldeo, para conseguir llegar a unas propiedades mecánicas óptimas.

Todas las probetas de tracción obtenidas, previamente a su ensayo, fueron sometidas a dicho tratamiento térmico T6. Ninguna de ellas fue ensayada en bruto puesto que sus valores no son interesantes.

El tratamiento térmico T6 recomendado para ésta aleación es el siguiente:

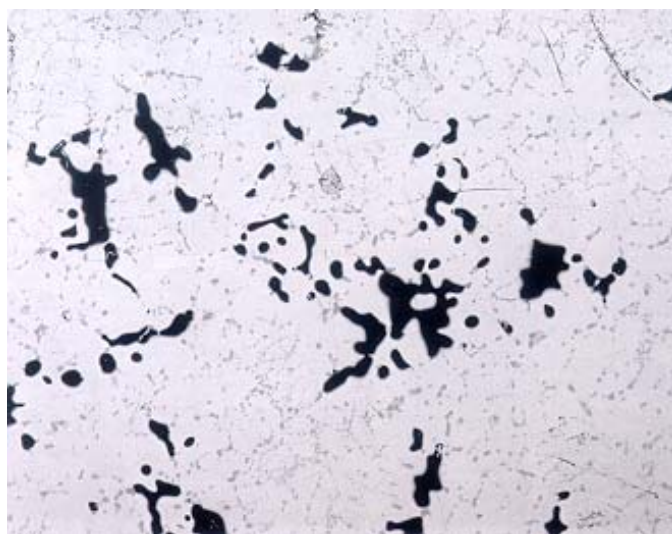
1. Tratamiento de solubilización durante 8 horas a 819-820 K. Es importante que la temperatura máxima no supere nunca los 828 K que es la llamada temperatura de quemado de la aleación.
2. Temple en agua a temperatura ambiente.
3. Maduración a 443 K durante 6 horas en estufa.
4. Enfriamiento al aire.

### **2.3.2.3- Estudio metalográfico**

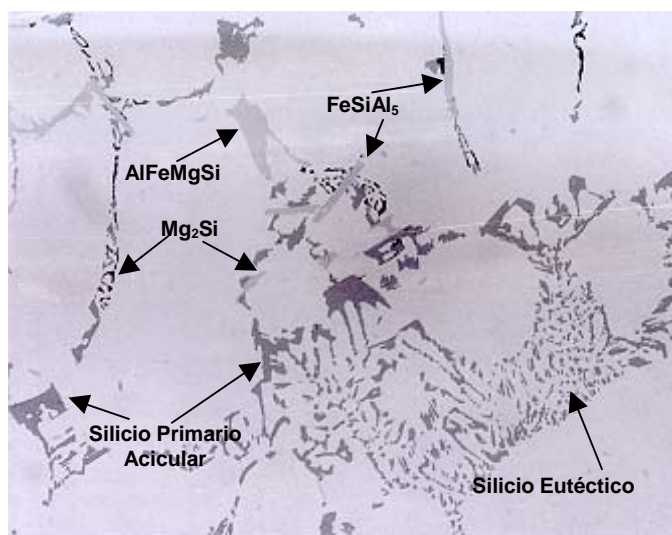
Se ha hecho un estudio metalográfico de todas las probetas que se han obtenido tanto en molde de arena como en coquilla o molde para forja líquida. El fin de éste estudio ha sido conocer como afectan las variables del proceso sobre la existencia de porosidades, microrrechupes, etc., así como en la estructura microscópica, tamaño de dendritas, forma del eutéctico, formación de fases e influencia del tratamiento térmico.

En las piezas obtenidas de los moldes de arena se ha constatado la presencia de un mayor número de rechupes y gases, como era previsible. La cantidad de dichos defectos de colada es tanto mayor cuanto mayor es la temperatura de colada. La lenta velocidad de solidificación alcanzada por ésta técnica de moldeo y el modificado con estroncio han influido negativamente en la mayor presencia de porosidades y gases disueltos.





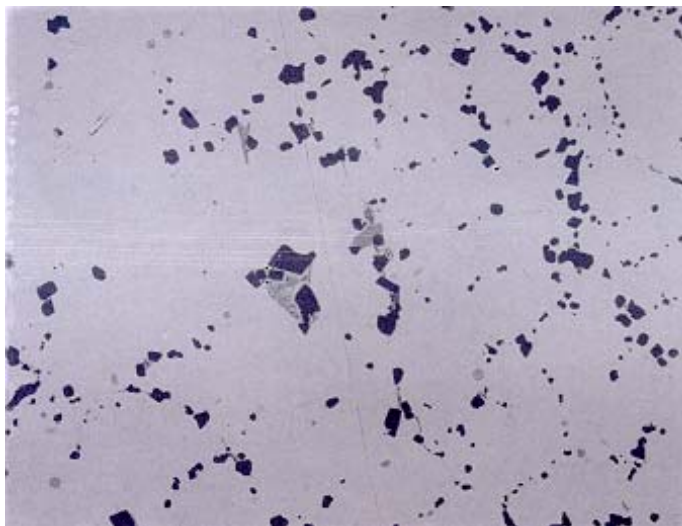
**Figura 2.5.-** Presencia de gases y macrorrechupes en la zona interdendrítica de piezas moldeadas en arena después de tratamiento T6.



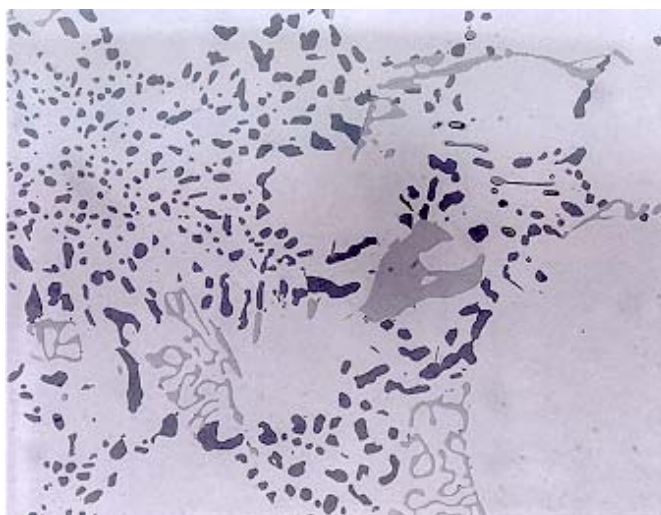
**Figura 2.6.-** Microestructura de la aleación AS7G06 colada en coquilla por gravedad. Formación de fases intermetálicas. (x500).

Estos gases normalmente difunden y se agrupan en las zonas interdendríticas después del tratamiento térmico, como se puede observar en la Figura 2.5.

En la Figura 2.6 pueden observarse los diferentes compuestos intermetálicos formados en la microestructura del material bruto de colada. Además del silicio primario del eutéctico, que se presenta en una forma correctamente modificada, se pueden observar



**Figura 2.7.-** Globulización del silicio eutéctico y disolución de intermetálicos por tratamiento T6 en colada en arena. (x200).



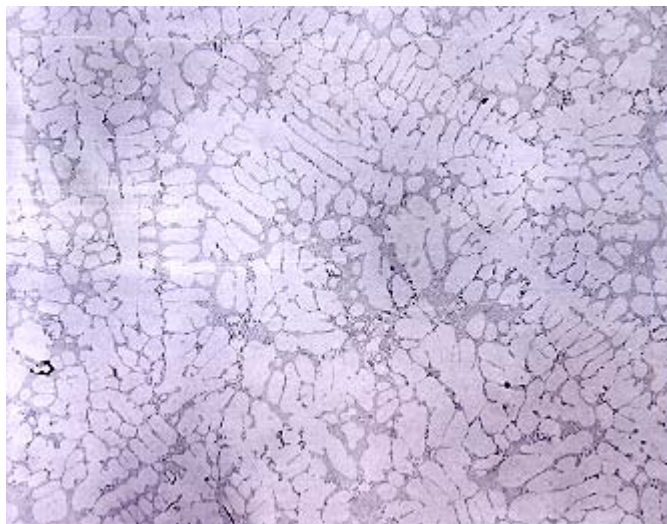
**Figura 2.8.-** Detalle de la microestructura después de tratamiento T6. Colada en arena. (x500).

la presencia de otras fases como  $Mg_2Si$ ,  $AlFeMgSi$  y  $FeSiAl_5$ , todas ellas señaladas en dicha figura.

El tratamiento térmico T6 consigue disolver algunas fases y globulizar el silicio eutéctico, de manera que la microestructura adquiere una forma completamente diferente (Figuras 2.7 y 2.8).

Sin embargo, piezas obtenidas por ésta misma técnica de moldeo, con menor temperatura de colada (993 K), modificadas con sodio y con un mejor diseño de





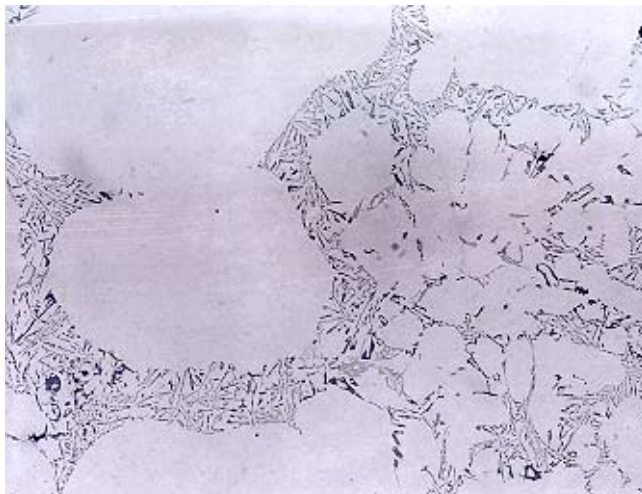
**Figura 2.9.-** Micrografía general obtenida en una pieza colada en arena. (x50).



**Figura 2.10.-** Micrografía general obtenida en una pieza colada en coquilla. (x50)

bebedero y mazarotas, presentaron mucho menor número de defectos, principalmente debido a la menor tendencia a disolver gases del sodio.

Las diferencias microestructurales entre las dos técnicas de fundición por gravedad utilizadas en este estudio están únicamente relacionadas con el tamaño microestructural (dendritas y fases). En las figuras 2.9 y 2.10 se puede observar una microestructura mucho más refinada en la pieza obtenida por colada en coquilla.



**Figura 2.11.-** *Detalle de agujas de silicio eutéctico. El modificado se ha perdido después de un tiempo de fusión. (x200).*

La microestructura obtenida después del proceso de forja líquida es mucho más refinada debido a la mayor velocidad de solidificación, como se puede observar en varias figuras de los capítulos 3 y 4.

La prueba de compocasting realizada confirma el hecho de que el modificado con sodio se pierde en poco tiempo. El tiempo que se ha necesitado para llevar a cabo dicha prueba (fusión, bajada a estado semi-sólido, agitación y colada) es suficiente como para que el modificado haya perdido su efecto (Figura 2.11), lo que indica que es más adecuado un modificado con estroncio, aunque su tendencia a disolver gases sea mayor. La forma acicular del silicio eutéctico no modificado da lugar a unas bajas características mecánicas.

Es importante también señalar que a pesar de haber colado a la temperatura de 983 K, la viscosidad del caldo ha sido sensiblemente mayor que si la colada se hubiese llevado a cabo a la misma temperatura sin bajada a estado semi-sólido y agitación. Con el fin de conocer con exactitud el intervalo sólido-líquido de la presente aleación se ha hecho un estudio a través de un análisis térmico diferencial, presentado en el punto 2.3.3. del presente capítulo.

### 2.3.2.4- Ensayos de tracción

Se han ensayado a tracción las probetas obtenidas en cada una de las experiencias anteriores. En todos los casos se han ensayado en un estado T6. Las probetas mecanizadas para el ensayo de tracción siguen la norma ASTM E 8M-89, correspondiente a ensayos de tracción de materiales metálicos. Las dimensiones de las probetas obtenidas en colada por gravedad se adjuntan en la tabla 2.4, dichas probetas tienen rosca en los extremos.

Longitud de ensayo	$62,5 \pm 0,1$
Diámetro	$12,5 \pm 0,2$
Longitud sección reducida	10
Longitud total aproximada	145
Longitud de sección mordazas	35
Diámetro de sección mordazas	20

**Tabla 2.4.-** Dimensiones de las probetas ensayadas a tracción en temperatura ambiente. Datos en milímetros.

Los datos obtenidos en las probetas fabricadas se presentan en la siguiente tabla 2.5.

Proceso	Resistencia (MPa)	Módulo (GPa)	Deformación (%)
Colada en arena	290,6	73,4	0,8
Colada en coquilla	309,8	73,4	4,2
Forja líquida	331,5	79,8	6,0

**Tabla 2.5.-** Valores obtenidos en ensayos de tracción a  $T^a$  ambiente en diferentes procesos.

Los datos corresponden a una media de 4 ensayos en cada uno de los procesos. En el caso de las probetas de forja líquida, las dimensiones son diferentes (se presentan en el capítulo 4) debido al tamaño de la pieza obtenida.

Los resultados obtenidos son consistentes con las observaciones metalográficas, correspondiendo unos mejores valores a microestructuras mas refinadas. Es evidente que la presencia de mayor número de defectos, especialmente gases y rechupes, es

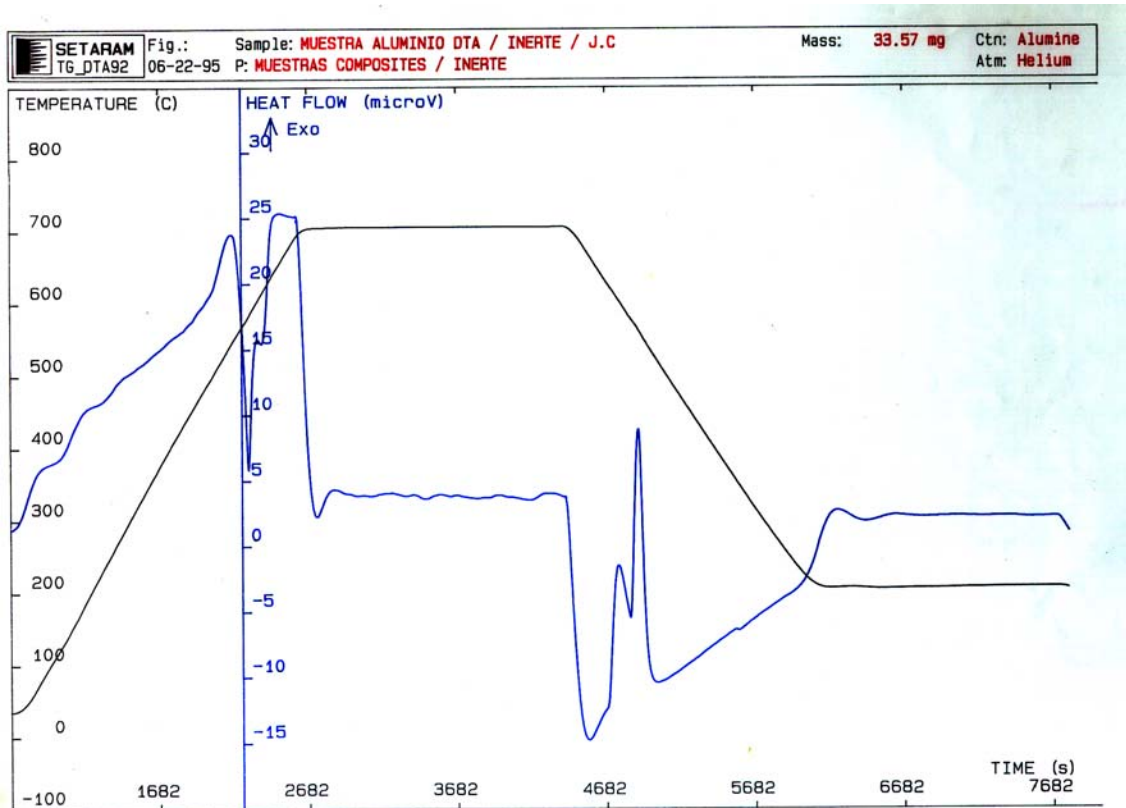
mucho mayor en las probetas obtenidas en colada por gravedad en arena, teniendo una especial incidencia en el alargamiento a rotura (lo que es lógico). En general, se puede decir que los valores obtenidos en colada por gravedad (arena y coquilla) están dentro de los límites exigidos para esta aleación (ver tabla 2.2), excepto para los valores de alargamiento a rotura de probetas coladas en arena, lo que confirma que el proceso de fusión y tratamiento de la aleación es correcto. En la presente investigación no se ha hecho especial hincapié en la mejora del alargamiento a rotura de piezas moldeadas en arena puesto que las técnicas de moldeo finalmente utilizadas fueron moldeo en coquilla y forja líquida.

Los resultados obtenidos en las probetas por forja líquida son notablemente superiores a los exigidos por la norma en colada por gravedad, lo que confirma el gran interés que en la industria está despertando este proceso de conformado. Además, la influencia de defectos en probetas pequeñas es mucho mayor que en probetas grandes, lo que incide de manera positiva en los resultados aquí presentados. Se han obtenido valores excepcionalmente altos de rigidez, a lo que no se ha encontrado una razón aparente, achacándose dichos valores al método de medida.

### **2.3.3- Determinación del intervalo sólido-líquido**

Dado que uno de los principales objetivos de la presente investigación es la optimización del proceso de fabricación de composites de aluminio reforzados con fibra corta de carbono mediante el proceso de mezcla en estado líquido y/o semi-sólido, es necesario conocer con exactitud el intervalo de solidificación de la aleación y porcentajes de fase sólida en función de la temperatura.

Se ha intentado calcular la fracción de fase sólida en función de la temperatura con la ayuda del diagrama Al-Si y la ecuación de Scheill, pero tanto debido a la influencia que el resto de elementos aleantes tiene sobre dicho intervalo de solidificación, como por la poca exactitud que se puede desprender del uso de diferentes diagramas (correspondientes a diferentes autores y publicaciones), no es el método mas adecuado. Debido a ello se llevó a cabo un análisis térmico diferencial de una muestra de la



**Figura 2.12.-** Curva obtenida en ensayo de análisis térmico diferencial de una muestra de aleación de aluminio Al-7Si-0.6Mg.

aleación en atmósfera inerte (helio) con una velocidad de calentamiento y enfriamiento de 20 K/min., hasta una temperatura de 973 K. La Figura 2.12 muestra la curva obtenida, analizándose en detalle el intervalo correspondiente a la solidificación, puesto que es el mas interesante para nuestro proceso.

La solidificación de la aleación comienza a 900,83 K y termina a 800,53 K, lo que significa un intervalo de solidificación de casi 100 K, lo que es relativamente alto y suficiente para los procesos a utilizar en la presente investigación. Se analizó con detalle la zona de la curva obtenida en el enfriamiento (línea azul, curva de dos picos), midiéndose el área debajo de la curva a cada temperatura para obtener la fracción de fase sólida en cada momento. Los resultados obtenidos son los presentados en la Tabla 2.6.

Solamente se analizaron los porcentajes de fase sólida inferiores al 40% ya que por encima de dicha fracción sólida se hace inviable la adición del refuerzo y colada de la

mezcla semi-sólida. Las temperaturas de trabajo de la presente experimentación siempre estuvieron por encima de 873 K, lo que significa una fracción sólida máxima de 20%.

Temperatura (K)	% fase sólida	% fase líquida
900,83	0,00	100
893,13	1,32	98,68
888,57	5,09	94,91
882,81	8,81	91,19
880,83	11,93	88,07
878,17	14,48	85,54
872,87	20,72	79,28
868,73	25,36	74,64
863,23	31,02	68,98
858,41	35,02	64,98
852,87	39,13	60,87

**Tabla 2.6.-** Porcentaje de fase sólida en función de la temperatura par la aleación Al-7Si-0.6Mg obtenidos de un ensayo DTA.

### 2.3.4- Resumen de la elección de proceso para comienzo de la investigación

De éste estudio preliminar, en el cual se ha seleccionado la más adecuada combinación matriz/refuerzo, así como de las experiencias básicas realizadas y de los resultados obtenidos de ellas se pueden sacar unas conclusiones que van a constituir el cauce experimental para el desarrollo de la presente investigación:

1. El sistema Al-7Si-0,6Mg y fibra de carbono de alto módulo ex-PAN ha demostrado ser el mas deseable para la fabricación de composites Al-C de bajo precio.
2. Las técnicas de moldeo en coquilla y forja líquida o squeeze casting son las más adecuadas para el conformado y fabricación de composites discontinuos. Procesos como el moldeo en arena no tiene gran interés debido a la baja velocidad de solidificación, lo que da lugar a microestructuras y defectos metalúrgicos indeseables, a la vez que provocaría el fenómeno de separación por flotación del refuerzo durante el proceso de solidificación por diferencia de densidad con la matriz. A ello hay que añadir que ésta técnica requiere una gran fluidez de las aleaciones, lo que impide su uso con composites de matriz metálica (con cierto porcentaje de fase sólida) tanto en fase líquida como semi-sólida.

3. La degasificación de la aleación antes de colada tiene gran importancia en procesos de colada por gravedad de aleaciones de aluminio. No obstante, dicha degasificación no se podrá llevar a cabo con composites, ya que provocaría el arrastre y eliminación del refuerzo. La aplicación de presión sobre la mezcla fundida (forja líquida) eliminará la presencia de hidrógeno en el interior de la aleación.
4. El modificado de la aleación con sodio no es el mas adecuado para nuestro proceso puesto que pierde su efecto en cortos espacios de tiempo. El estroncio tampoco parece ser el mas adecuado puesto que favorece la formación de óxidos y absorción de hidrógeno. Una solución la constituye la aplicación del tratamiento térmico T6, que consigue globulizar el silicio de la misma manera que lo hacía el estroncio previo al tratamiento. Esta será la vía de trabajo en la presente investigación.
5. La aleación presenta un amplio intervalo de solidificación, lo que favorece el estudio del proceso de fabricación de composites en dicho rango.

## **2.4.- REFUERZO**

Como se ha señalado varias veces, la presente investigación se va a centrar en la fabricación de composites discontinuos, es decir, aluminio reforzado con fibra corta de carbono. En el anterior punto 2.2.1 quedó claro que el tipo de fibra mas adecuado para la fabricación de composites por vía líquida son las fibras de carbono de alto módulo y aquellas de tipo pitch. No obstante, debido al elevadísimo precio de este tipo de fibras, y teniendo en cuenta que el tipo de producto que se pretende fabricar en la presente investigación no es de las más altas prestaciones, se considera que es mas adecuado el uso de fibra ex-PAN de alto módulo.

### **2. 4. 1.- Características generales.**

Se hizo una búsqueda de suministradores de este tipo de fibra corta, puesto que adquirir rollos de fibra larga y cortarlos supondría la fabricación o adquisición de un sistema rápido de corte. De esta manera, solamente se han encontrado en el mercado suministradores de fibra corta de 6 y 3 mm de las características adecuadas para la presente investigación.

Uno de los aspectos más importantes a tener en cuenta en la presente investigación es el tamaño (longitud y diámetro) de las fibras a utilizar. Es bien conocido, no solo en composites de matriz metálica sino también en composites de matriz orgánica, que la mejora de propiedades de una matriz cuando se le añade un refuerzo fibroso discontinuo depende en gran medida de la longitud de fibra. En este tipo de composites es habitual hablar de una longitud ideal ( $L_c$ ) por encima de la cual se obtiene un aumento de propiedades mecánicas en función de la longitud de fibra (módulo, resistencia, etc.) y por debajo de la cual las propiedades del material se presentan independientes del refuerzo utilizado. Por lo tanto sería deseable definir esa longitud crítica en nuestro sistema y trabajar en condiciones favorables siempre que nos sea posible.

Kelly y Tyson<sup>20</sup> hicieron un estudio teórico para calcular la longitud crítica de fibra en composites de matriz metálica, en el cual suponen que la carga a la que se ve sometida una fibra es la carga de cizalla en la intercara fibra-matriz. Dicha longitud crítica se define como:

$$(L_c/d) = (\sigma_{uf}/2\tau_u) \quad [2.1]$$

donde:  $L_c$  = longitud crítica  
 $d$  = diámetro de fibra  
 $\sigma_{uf}$  = resistencia a tracción de la fibra  
 $\tau_u$  = resistencia a cizalla interfacial o de la matriz (la de menor valor).  
Este valor se supone que es aproximadamente la mitad del  $\sigma_y$  (límite elástico de la matriz).

Con lo cual la expresión queda como sigue:

$$(L_c/d) = (\sigma_{uf}/\sigma_y) \quad [2.2]$$

Si la fibra tiene una longitud menor a la longitud crítica, el composite fallará por flujo plástico de la matriz, con arrancado de la fibra, mientras que si la longitud es superior a la crítica, el composite fallará por rotura de las fibras. Por tanto, para aumentar la



resistencia a tracción del composite, la relación de aspecto de las fibras (L/D) deberá sobrepasar el valor crítico (ecuación 2.2). La importancia que tiene éste parámetro se ha de tener en cuenta en el proceso de fabricación, principalmente en la fabricación por mezcla en estado líquido ó semi-sólido, donde la rotura de fibras y, por tanto, reducción de la relación de aspecto, puede ser importante. Muchos trabajos se han centrado en el estudio de dicha rotura y su minimización durante el proceso de fabricación<sup>21-23</sup>.

Si nos centramos en el sistema escogido para la presente investigación, tenemos que los valores necesarios para utilizar en la ecuación 2.2. son:

- $d = 6,75 \mu\text{m}$
- $\sigma_f = 2350 \text{ MPa}$
- $\sigma_y = 296,48 \text{ MPa}$

Sustituyendo en la ecuación anterior tenemos que el valor de la longitud crítica ( $L_c$ ) para nuestro caso en concreto es de **53,5  $\mu\text{m}$** .

El valor de la relación de aspecto (L/D) que habitualmente se toma como la necesaria para conseguir unas propiedades lo más próximas al valor que se obtendría si la fibra fuera continua, experimentalmente, para un composite de matriz de aluminio, está entre 10 y 20<sup>24-26</sup>. Por tanto, tomando ésta última cifra como el L/D ideal y sabiendo que nuestra fibra tiene un diámetro de 7 micrómetros, la longitud que debería tener la fibra es cercana a los **0,14 mm**.

Sin embargo, también se ha de tener en cuenta que durante el proceso de fabricación la rotura de fibras va a ser importante. No hay datos bibliográficos que con certeza hayan hecho un estudio cuantitativo de la rotura de fibras, sino que suelen dar datos estimativos, en ocasiones tomados sin ningún razonamiento, por lo que no se puede saber de antemano la longitud de fibra necesaria de partida. En cualquier caso, dado que solamente existen dos longitudes de fibra que se puedan adquirir en el mercado, se optó por la mas larga (6 mm). Ello permitirá estudiar también de manera más fiable la rotura

de fibras durante el proceso de fabricación de composites por mezcla en estado líquido o semi-sólido.

#### 2. 4. 2.- Propiedades

En la Tabla 2.7 se incluyen las características mecánicas y físicas de la fibra de carbono de alto módulo finalmente adquirida.

Propiedad	Valor
Nombre comercial	TENAX HM 35
Precursor	PAN
Recubrimiento	Polyamida
Longitud (mm)	6
Diámetro ( $\mu\text{m}$ )	7
Módulo de Young (GPa)	358
Resistencia a tracción (GPa)	2.35
Alargamiento (%)	0.66
Densidad ( $\text{gr}/\text{cm}^3$ )	1.79
Nº filamentos/haz ( $\times 10^3$ )	3
Resistividad ( $\mu\Omega - \text{m}$ )	11

**Tabla 2.7.-** Características de la fibra corta de carbono de alto módulo usada en la presente investigación.

Propiedad	Valor
Nombre comercial	34-700
Precursor	PAN
Recubrimiento	Epoxi
Longitud (mm)	1
Diámetro ( $\mu\text{m}$ )	7
Módulo de Young (GPa)	230-240
Resistencia a tracción (GPa)	4.5
Alargamiento (%)	1.7-1.9
Densidad ( $\text{gr}/\text{cm}^3$ )	1.77-1.80
Conductividad térmica ( $\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ )	14

**Tabla 2.8.-** Características de la fibra corta de carbono de alta resistencia.

En los últimos estadios de la presente investigación también se hicieron unas pruebas de adición de fibra corta de carbono de alta resistencia, con el fin de comparar las propiedades que se alcanzan en ambos tipos de composites. En este caso la longitud fue de 1mm por dos razones principales: por que es la más corta que se puede adquirir

comercialmente y porque, como se verá en el desarrollo de la presente investigación, fibras con longitudes superiores son muy difíciles de manejar y añadir a la matriz. Las características de dichas fibras se incluyen en la Tabla 2.8.

## **2.5.- COMPATIBILIDAD MATRIZ-REFUERZO.**

### **RECUBRIMIENTOS SOBRE FIBRAS DE CARBONO.**

#### **2.5.1.- Introducción**

Hace ya dos décadas desde que se empezaron a hacer los primeros estudios sobre la fabricación de materiales compuestos de matriz de aluminio con refuerzo de carbono ó grafito. La fabricación de estos materiales ha sido encaminada fundamentalmente a la obtención de materiales de elevada resistencia al desgaste (son conocidas las propiedades autolubricantes del grafito) con una ligereza mayor a la del material sin reforzar y con mejores propiedades a alta temperatura. Sin embargo, recientemente, gran cantidad de estudios se está encaminando a la mejora en dichos materiales de otro tipo de propiedades como pueden ser la rigidez, resistencia a tracción, etc... Por ello se está tendiendo a la utilización de refuerzos de tipo fibroso en lugar de partículas. En cualquier caso, la fabricación de este tipo de materiales (tanto de partículas como de fibras) es especialmente complicada debido a dos razones fundamentales:

- 1.-Ausencia de mojabilidad del carbono por el aluminio en estado líquido (mala unión fibra-matriz).
- 2.- Elevada reactividad a las temperaturas del proceso<sup>32</sup> (aparición de fases frágiles de  $Al_4C_3$  en la intercara que fragilizan al material).

Hace ya 20 años que se llevan haciendo estudios para mejorar estos dos aspectos fundamentales en todo composite para este sistema en particular. Se han adoptado diferentes vías para la solución de estos problemas:

- Actuar sobre la aleación.- En el punto 2.2 se ha hecho un estudio pormenorizado de la influencia de cada elemento aleante en la compatibilidad

matriz-refuerzo. Muchos trabajos se han centrado en la adición de elementos aleantes para conseguir una mejora de propiedades<sup>1-7</sup>. No obstante, en el presente trabajo se parte de una selección de matriz en el que se han tenido en cuenta todos estos trabajos.

- Actuar sobre la fibra.- Se han utilizado diferentes tratamientos térmicos y químicos sobre las fibras de carbono para mejorar la compatibilidad<sup>17,27,28</sup>.
- Acudir a recubrimientos sobre los refuerzos. Sobre esta vía se trabajará en la presente investigación, dedicándole una especial atención en los siguientes párrafos.

Se han utilizado diferentes técnicas para recubrir fibras (CVD<sup>29-31</sup>, Spray Deposition, Sol-Gel<sup>33-37</sup>, electroless<sup>38-50</sup>, electrólisis<sup>51</sup> etc.) así como diferentes tipos de recubrimiento (carburos, boruros, óxidos, metales, nitruros, fosfuros, etc...). Para la presente investigación, sin embargo, la mayoría de ellos han sido desechados porque supondrían un exagerado aumento del precio final del producto. En el caso del proceso Sol-Gel, a pesar de ser un proceso sencillo y relativamente barato, solamente se pueden obtener recubrimientos cerámicos, de manera que a pesar de que se protege la fibra, no se mejora la ausencia de mojabilidad y la formación de otros productos de reacción frágiles con el aluminio. De todas estas técnicas anteriormente mencionadas, la más sencilla, barata y adecuada para nuestro proceso de fabricación de composites de aluminio es la de recubrimientos por vía química, como es la deposición química también llamado "electroless plating", razón por la cual se ha elegido como método a utilizar en la presente investigación.

Aunque cabe la posibilidad de hacer recubrimientos con diferentes metales a través de este método, se ha trabajado principalmente con recubrimientos de cobre y níquel. Ambos recubrimientos mejoran la mojabilidad con la matriz de aluminio a la vez que protege a la fibra contra la formación de productos de reacción.

La elección de ésta técnica de recubrimiento frente a otras como electrólisis o cementación, estriba principalmente en su sencillez y a la obtención de una capa con una mejor continuidad. Por otro lado, existe una gran dificultad en la realización de

recubrimientos de fibra corta (no continua) por vía electroquímica, aunque en la actualidad se está explorando dicho proceso de recubrimiento para refuerzos discontinuos<sup>52</sup>.

### **2.5.2.- Fundamentos del proceso de deposición por vía química**

El proceso denominado "electroless plating" o deposición química es un proceso de deposición por vía líquida en el cual un ion en disolución es reducido a estado metal y depositado sobre el sustrato deseado.



La reacción completa se dará cuando tanto la especie oxidante como la reductora estén en disolución y ésta será:



Hay una gran variedad de agentes reductores según el tipo de reacción que se desee, y la utilización de uno u otro va a influir directamente tanto en el rendimiento del proceso como en la morfología y composición de la capa metálica.

Este tipo de reacciones en general suelen ser catalíticas, es decir necesitan algún catalizador para que se inicie la reacción. Es por ello completamente necesario que la superficie en la cual se vaya a hacer el depósito esté debidamente limpia y catalizada para que los cationes del metal sean allí reducidos.

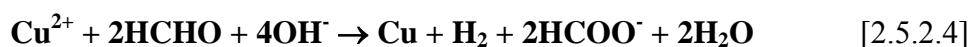
Hay que tener en cuenta a la hora de diseñar un baño de revestimiento, tanto las concentraciones de las especies en disolución como el pH, potenciales del oxidante, reductor y agua, así como el grado de complejación de los elementos en disolución.

### 2.5.2.1.-Deposición de cobre

Existe una gran variedad de baños químicos para recubrimientos de cobre sobre sustratos metálicos. No obstante, no hay muchos trabajos que se hayan centrado en la deposición de tales depósitos en fibras de carbono<sup>39-41,43,46</sup>. De los diferentes baños que podrían haber sido utilizados se ha elegido uno con la siguiente composición:

- 10 gr/l de  $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ . Aporta el ion de cobre a la disolución.
- 10 gr/l de  $\text{NaOH}$ . Proporciona a la disolución el pH adecuado para llevar a cabo la correcta deposición ( $\text{pH} = 13$ ).
- 15 ml/l de  $\text{HCHO}$ . Actúa como agente reductor.
- 50 gr/l de  $\text{NaK}(\text{COO})_2(\text{CHOH})_2 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ . El potasio sodio tartrato tetrahidratado actúa como agente complejante.

La reacción general que se produce en el seno de la disolución es la siguiente:



Esto significa que la reacción transcurre a través de la formación de hidrógeno, el cual escapa a la atmósfera. En el momento en que deja de formarse hidrógeno, la reacción se para. El cobre se deposita en la superficie de la fibra siempre que ésta esté catalizada. Para ello, la catalización de la superficie de la fibra se lleva a cabo a través de dos etapas, en las cuales la fibra se introduce en dos baños de diferentes composiciones:

1 <sup>er</sup> baño de catalización:	10gr/l $\text{SnCl}_2$ + 40ml $\text{HCl}$ $T^a = 298 \text{ K}$
2 <sup>o</sup> baño de catalización:	0,25gr/l $\text{PdCl}_2$ + 0,5ml $\text{HCl}$ $T^a = 298 \text{ K}$

La catalización de la superficie de la fibra se debe llevar a cabo tanto en las deposiciones de cobre como en las de níquel.

### 2.5.2.2.- Deposición de níquel

El caso de la deposición de níquel es un poco mas complicado que el anterior debido a que aquí es mas crítico el aumento de temperatura durante el proceso. La cinética de la reacción hace completamente imprescindible el aumento de temperatura del proceso (la velocidad de deposición aumenta casi exponencialmente con el aumento de temperatura), sin embargo la mayoría de los baños existentes son inestables y se descomponen en márgenes estrechos de temperatura. Por lo tanto, a pesar de ser un proceso mucho más conocido a escala industrial que la deposición de cobre, se han de extremar las precauciones para conseguir la deposición.

Por ser un proceso bastante común en la industria metalúrgica, se han utilizado diferentes tipos de baño. Los que se han utilizado en esta investigación han sido tres, también tomados de la información bibliográfica<sup>40,45,53,54</sup>.

#### **1<sup>er</sup> baño:**

- 3,1 gr/l de  $\text{NiCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ . Aporta la concentración necesaria de iones de níquel a la disolución.
- 60,3 ml/l de  $\text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{NH}_2$  (Etilendiamina). Es el agente complejante que estabiliza el baño y disminuye el potencial del níquel libre en disolución con el fin de controlar la velocidad del depósito.
- 40 gr/l de NaOH. Controla la basicidad del medio
- 0,378 gr/l de  $\text{NaBH}_4$ . Es el agente reductor.
- 0,1 gr/l de NaF. Actúa como estabilizante del baño controlando la cinética de la reacción en la superficie de la pieza a recubrir.

Este baño trabaja en un pH de aproximadamente 14 a una temperatura de 353 K.

#### **2º baño:**

- 20 gr/l de  $\text{NiCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ .

- 0,4 gr/l de NaBH<sub>4</sub>.
- 90 gr/l de NaOH.
- 100,3 ml/l de Etilendiamina.

La temperatura ideal de trabajo de este baño es de 368 K.

Tanto en el 1<sup>er</sup> como en el 2º baño, la reacción principal que se produce es



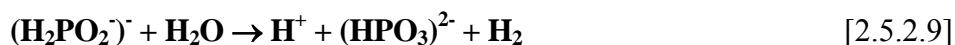
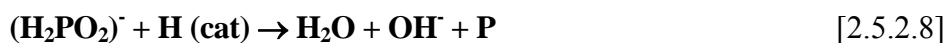
La continuación de la reacción se produce a través de la formación y liberación de hidrógeno. Si no hay formación de hidrógeno, no hay reducción<sup>54</sup>.

#### 3<sup>er</sup> baño:

- 0,1M en NiSO<sub>4</sub>. Aporta el níquel a la disolución.
- 0,3 M en NaH<sub>2</sub>PO<sub>2</sub>. Como agente reductor.
- 0,03 M en EDTA-4Na. Como agente complejante.
- 10% de ácido acético glacial. Controla el pH del medio y acompleja al catión.
- 25% NH<sub>4</sub>OH (25%). Controla el pH.

Este baño funciona óptimamente entre 313 y 343 K y pH 8-9.

Las reacciones que se producen en ésta disolución son las siguientes:





En presencia de una superficie catalítica y con energía suficiente (para mejorar la cinética de la reacción) los iones hipofosfito son oxidados a ortofosfito. Así mismo, una porción de hidrógeno es absorbida en la superficie catalítica. [2.5.2.6]

El hidrógeno absorbido en la superficie catalítica reduce los iones níquel a níquel metal. [2.5.2.7]

Simultáneamente, el hidrógeno absorbido en la superficie reduce el hipofosfito en la superficie catalítica a agua, hidroxiliones y fósforo. [2.5.2.8]

Asimismo, parte del hipofosfito presente es oxidado catalíticamente a ortofosfito e hidrógeno gas, independiente de la deposición de Níquel y Fósforo, siendo ésta la causa del bajo rendimiento de la solución de niquelado químico. [2.5.2.9]

Según se puede ver en las reacciones químicas [2.5.2.6] y [2.5.2.7] se puede regular la velocidad de deposición en función del pH. A mayor pH mayor velocidad de deposición.

Tanto en el baño que utiliza como reductor el borohidruro como en el que utiliza el hipofosfito, la capa depositada va a contener diferentes porcentajes de elementos boro y fósforo.

### **2.5.3.- Procedimiento Experimental**

Con anterioridad a la aplicación del recubrimiento sobre la fibra de carbono finalmente adquirida es completamente fundamental una buena preparación de la superficie para conseguir depósitos de buena calidad y homogéneos. En nuestro caso, al tratarse de una fibra de carbono de alto módulo, es aconsejable una ligera rugosidad en la superficie para mejorar la adherencia, a la vez que la completa eliminación del recubrimiento o ensimaje con que la fibra es suministrada (polyamida). Por ello, los pasos previos al proceso de recubrimiento son:

1. *Eliminación del recubrimiento con disolvente.* Este primer paso podemos evitarlo ya que en la segunda etapa, para conseguir cierta rugosidad superficial, se someterá a la fibra a temperaturas elevadas, suficientes para que dicho recubrimiento se elimine por completo.
2. *Ligera oxidación superficial.* Para ello las fibras se introducen en una mufla a 973 K durante 10 minutos en atmósfera normal. Este paso es bastante importante para el correcto recubrimiento de todas las fibras y para las propiedades del composite final.

Como se ha señalado anteriormente, la reacción de deposición solamente se da sobre superficies catalizadas. Por ello, previamente, la fibra pasa a través de los dos baños anteriormente referidos para activar la superficie. La fibra permanece sumergida en ambas soluciones durante aproximadamente 300 segundos, aplicando agitación para facilitar la entrada de la disolución en el interior de fibras que quedan enmarañadas ó apelotonadas.

Una vez eliminado el catalizador sobrante que queda entre las fibras, éstas son introducidas en el baño de recubrimiento a la temperatura adecuada en cada caso.

Uno de los problemas que se ha encontrado al trabajar con fibras de longitud de 6 mm es la tendencia que tienen a formar cúmulos (pequeños vellones de fibras enmarañadas entre si) en medio líquido y no a separarse unas de otras individualmente cuando están en suspensión (este mismo problema se encontró también a la hora de fabricar el composite, como más adelante se referirá). Se estudió el problema en una primera fase porque se pensó que la formación de dichos cúmulos podría impedir la correcta deposición del metal en las fibras del interior. En nuestro caso, se barajaron varias posibilidades aunque la más factible fue la utilización de productos químicos surfactantes y/o tensio-activos, que son utilizados a escala industrial en suspensiones de partículas y fibras para evitar la formación de cúmulos. Dichos productos son moléculas orgánicas que se adhieren sobre la superficie de las fibras e impiden la aproximación de otras fibras (surfactantes) o que disminuyen la tensión superficial (tensio-activos). Sin embargo, su utilización (en nuestro caso fue un producto tensio-activo llamado comercialmente GLYDOL N 2002) impide la deposición del metal en la superficie. Finalmente se observó que una buena agitación durante el

proceso de catalización y posterior recubrimiento de la fibra, dio lugar a depósitos de cobre y níquel regulares y homogéneos en toda su longitud y diámetro, por lo que se hizo innecesaria la utilización de dichos productos.

En el caso de la deposición de cobre, una vez que la superficie estuvo correctamente catalizada, se introdujo en el baño a temperatura ambiente. Para facilitar la reacción es adecuada cierta agitación mecánica (cuanto más intensa mejor, sin llegar a la rotura de las fibras). En el caso del cobre, la reacción se completa en aproximadamente 20 minutos (dependiendo de la agitación y de la correcta catálisis de la fibra). La reacción transcurre con efervescencia debido a la formación de gas hidrógeno, por lo que cuando dicha efervescencia deja de producirse, se termina el proceso. Normalmente la disolución pasa de color azulado a transparente al final del proceso.

En el caso del níquel se han utilizado tres baños diferentes para recubrir las fibras, cuyas composiciones han sido anteriormente descritas. La temperatura y condiciones de trabajo en cada uno de los baños han sido diferentes. La temperatura es un aspecto crítico en este proceso, puesto que un mal control del mismo provocará la descomposición de la disolución.

Una vez acabada la deposición (tanto en cobre como níquel) es necesario eliminar todo resto de los productos de reacción que quedan en la superficie de la fibra y que pueden interferir negativamente en su adición al aluminio. Para ello, a la vez que se filtran para separar de la disolución, se lavan con agua destilada. Se debe evitar introducir las fibras recubiertas en un recipiente con agua destilada y agitar, puesto que la propia agitación y el excesivo contacto con el agua lleva a la oxidación de la capa metálica y su separación de la superficie de la fibra.

Por último, se lleva a cabo el secado de las fibras. Este paso, aunque en un principio parece no tener una mayor importancia, se ha visto que es uno de los pasos más importantes en todo el proceso, ya que si no se lleva a cabo correctamente, con una completa eliminación del agua retenida entre las fibras, la capa metálica depositada sobre la fibra se oxida completamente en poco tiempo, lo que es muy perjudicial para el posterior composite. Esta

etapa, por otra parte, adquiere especial relevancia por el hecho de que la formación de cúmulos (marañas) de fibras impide una fácil extracción del agua (humedad) retenida en el interior, lo que da lugar a que el recubrimiento de las fibras del interior de los mismos se oxide con gran celeridad. Por tanto, es muy importante que durante el proceso de filtrado de las fibras éste sea llevado a cabo con succión por bomba de vacío, para facilitar la extracción de la mayor parte del agua retenida dentro de las marañas de fibras antes de proceder al secado.

Otro método que se ha probado con relativo éxito ha sido la introducción de las fibras en una solución de acetona que extraiga el agua del interior de los cúmulos y que después pueda eliminarse rápida y eficazmente a baja temperatura, evitando la oxidación del depósito. Sin embargo, se ha comprobado que si la fibra permanece sumergida en acetona un tiempo superior a 10-15 minutos, el recubrimiento adquiere un color entre blanquecino y gris, correspondiente a una ligera oxidación de la capa depositada. En cualquier caso, el filtrado en vacío de las fibras consigue extraer la mayor parte de la humedad retenida con gran eficacia, por lo que se adoptó dicha solución.

Una vez que se extrae todo el agua retenida entre las fibras, éstas se introducen en una estufa a la temperatura de 333 K. Es muy importante que esta temperatura no sea sobrepasada puesto que la facilidad de oxidación de las fibras húmedas es muy elevada. El tiempo ha de ser el mínimo posible para que estén secas, sin mantenerlas un exceso de tiempo con el fin de reducir la posibilidad de oxidación. Se ha comprobado como es suficiente 60 minutos dentro de la estufa para conseguir un correcto secado.

#### **2.5.4.- Resultados**

Una visión general de los resultados obtenidos en la obtención de fibras recubiertas y su uso posterior en la fabricación de composites de matriz metálica puede verse en una publicación surgida de la presente investigación<sup>55</sup>. No obstante, en adelante se presentarán los resultados de una manera más detallada.

#### 2.5.4.1.- Recubrimientos con cobre

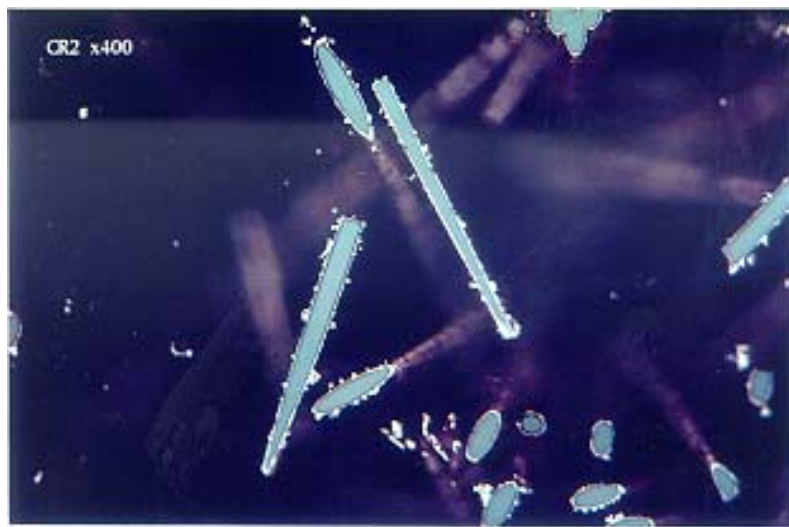
Se han hecho diferentes experiencias hasta llegar a unos resultados positivos en los cuales se han obtenido recubrimientos de buena calidad. Esto significa *recubrimientos continuos, homogéneos y sin contaminación ni oxidación, óptimos para su utilización en la fabricación de materiales compuestos.*

En general se puede decir que la deposición de cobre sobre las fibras se realiza de una manera bastante sencilla. En ningún momento se ha creído necesario trabajar con diferentes composiciones o concentraciones en el baño, sino que simplemente se han tenido que ajustar las condiciones del proceso para conseguir unos resultados óptimos. Entre las condiciones que más importancia tienen en el proceso (utilizando el baño con una composición anteriormente especificada) se pueden enumerar:

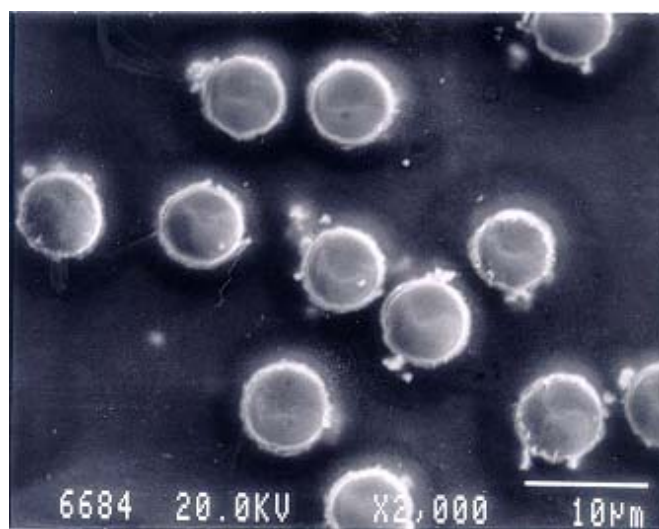
1. *Eliminación del recubrimiento de ensimaje de las fibras.-* Ello es completamente necesario para conseguir un buen contacto entre las fibras y el baño de recubrimiento. En aquellos haces de fibras en los que no se elimina por completo este recubrimiento, se puede observar que las fibras interiores del haz no pueden entrar en contacto con la disolución y por tanto aparecen completamente desnudas de recubrimiento.
2. *Agitación de las fibras durante el proceso de recubrimiento.-* Para conseguir que todas las fibras entren en contacto con la disolución se ha de realizar una agitación mecánica. Cuanto más intensa es la agitación mejor se produce la reacción, facilitando la llegada de iones de cobre hasta la superficie de la fibra.
3. *Cantidad de fibra.-* La gran superficie específica de las fibras de carbono hace que una pequeña cantidad de fibra necesite una cantidad de disolución de recubrimiento relativamente grande. Una excesiva cantidad de fibra da lugar a que gran parte de la misma no presente recubrimiento.
4. *Oxidación posterior.-* Como anteriormente se ha comentado es lo más difícil de controlar. Para evitarlo, en primer lugar el lavado se ha de llevar a cabo como anteriormente se ha explicado. Si las fibras se introducen en agua destilada, la pérdida de revestimiento por oxidación es rápida. El agua necesitaría cierta

acidez para evitar ésta oxidación. Por otro lado la extracción de agua del interior de los cúmulos de fibras y su posterior secado se ha de llevar a cabo como anteriormente se ha explicado.

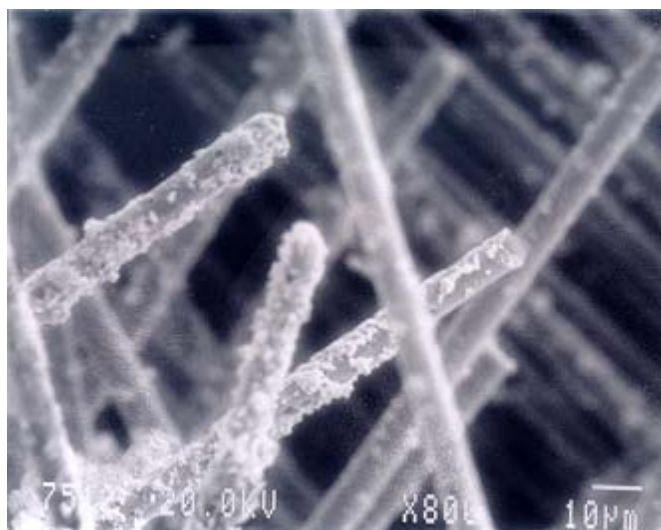
Una vez eliminados estos importantes problemas se obtienen capas uniformes de cobre con muy buena adherencia a la fibra y de un espesor entre 0,2 y 0,5  $\mu\text{m}$ . Las Figuras 2.13 y 2.14 muestran dos micrografías obtenidas por microscopía óptica y electrónica respectivamente de una muestra de fibras obtenidas con las condiciones óptimas.



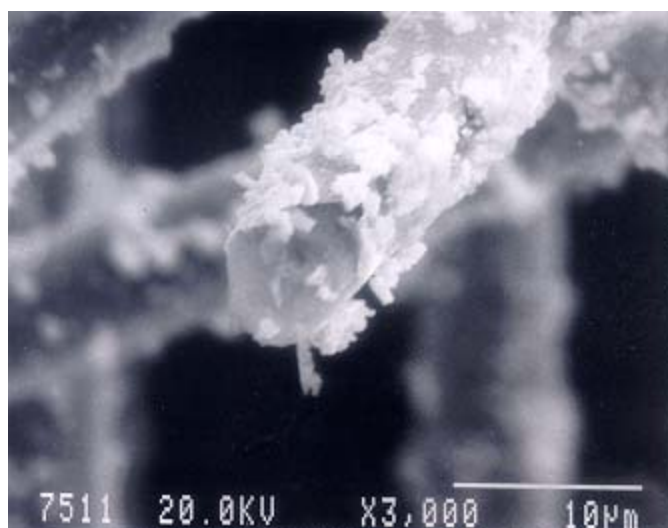
**Figura 2.13.-** Fibras de carbono revestidas con cobre montadas en resina epoxi. (x100).



**Figura 2.14.-** Detalle de fibras recubiertas con cobre. (x2000).



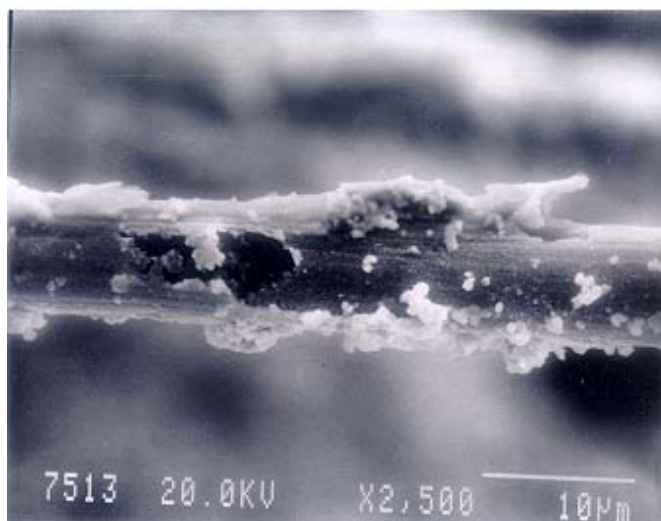
**Figura 2.15.-** Imagen tomada en el SEM de las fibras recubiertas, mostrando la presencia regular de cobre en la superficie de todas las fibras. (x800).



**Figura 2.16.-** Detalle del extremo de una fibra recubierta con cobre. (x3000).

La cantidad de fibra máxima para 1 litro de disolución está entre 3 y 4 gramos aproximadamente. La agitación mecánica se realiza con un agitador metálico a 150-200 r.p.m. para facilitar la reacción, que se lleva a cabo con desprendimiento de hidrógeno en aproximadamente 20-30 minutos.

Se ha conseguido evitar la oxidación posterior de la capa de cobre mediante su almacenamiento en agua acidulada y llevando a cabo un adecuado proceso de secado, como se ha explicado en los anteriores párrafos. Las Figuras 2.15 y 2.16 muestran



**Figura 2.17.-** *Detalle de una zona con el recubrimiento despegado de la matriz debido a la oxidación. (x2500).*

imágenes tomadas sobre la fibra recubierta, en la que se puede ver el aspecto de la capa depositada. Esta es regular y continua, no observándose zonas de oxidación donde la capa se haya desprendido. Además de la capa continua de cobre se puede ver que el cobre empieza a crecer en forma de pequeños cristales a lo largo de toda la superficie de fibra. Se ha comprobado en la presente investigación que la obtención de espesores de capa de cobre superiores a aproximadamente 0,5 mm no es posible, ya que el cobre empieza a crecer de esta manera y no de manera continua. En las Figuras 2.13 y 2.14 también se puede observar la presencia de éstos pequeños cristales de cobre que crecen de manera irregular al final del proceso. La Figura 2.16 muestra un detalle del final de una fibra, donde también se comprueba la presencia del recubrimiento. La Figura 2.17, tomada en una de las primeras experiencias realizadas, muestra el aspecto de una fibra en la que, debido a la parcial oxidación de la capa, la capa de cobre se levanta y desprende.

Se ha comprobado mediante microanálisis EDS que en todos los casos la capa depositada no está contaminada con productos indeseables, presentando un 100% de pureza de cobre.

#### **2.5.4.2.- Recubrimientos con níquel**

Se han hecho experiencias con diferentes baños de recubrimiento, obteniéndose diferentes resultados. En cualquiera de los casos el proceso no se lleva a cabo con la misma facilidad, rendimiento y rapidez que en el caso del cobre, aunque finalmente se han conseguido





**Figura 2.18.-** Delgado e irregular recubrimiento de níquel en fibras de carbono, con evidencia de crecimiento y deposición irregular. (x1000).

óptimos resultados. A continuación se describen los resultados obtenidos en las experiencias llevadas a cabo con los tres tipos de baño utilizados.

**1º baño.**- Se han llevado a cabo diferentes experiencias, pero no se ha conseguido obtener en ninguna ocasión un depósito de níquel bueno. Hay evidencia de que el níquel se reduce sobre la superficie de la fibra, pero no se consiguió que dicho depósito fuera homogéneo. Se conseguían obtener recubrimientos muy tenues e irregulares en algunas fibras, quedando la inmensa mayoría de ellas completamente desnudas.

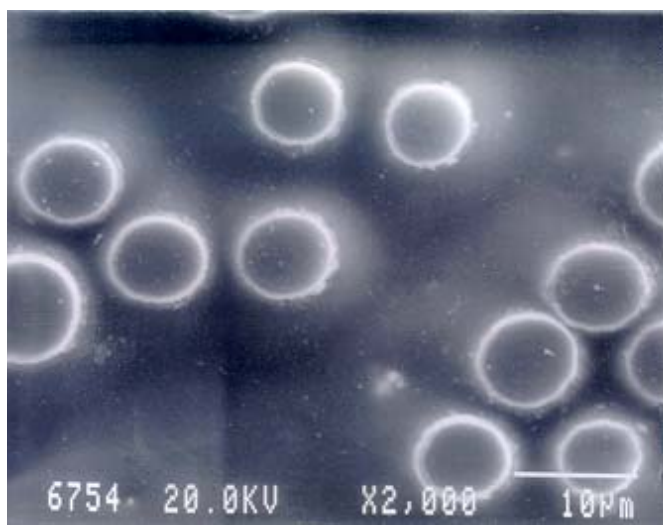
La temperatura de trabajo es de 353 K pero la reacción se produce en muy poca extensión. La fibra se mantiene en el baño durante aproximadamente 6-7 minutos y al finalizar no hay evidencia de que la fibra haya tomado el color característico del níquel.

**2º baño.**- Este baño es prácticamente igual al anterior pero con una mayor concentración en níquel. Los resultados en este caso tampoco fueron satisfactorios. De nuevo la reacción no se produce en mucha extensión, es decir pasado un primer momento en el que la reacción empieza a producirse, ésta se para y deja de producir la efervescencia típica. Sin embargo, las fibras obtenidas tienen una mayor presencia de níquel, aunque no de manera regular y homogénea en todas las fibras. En este caso la temperatura del baño es de 368 K,

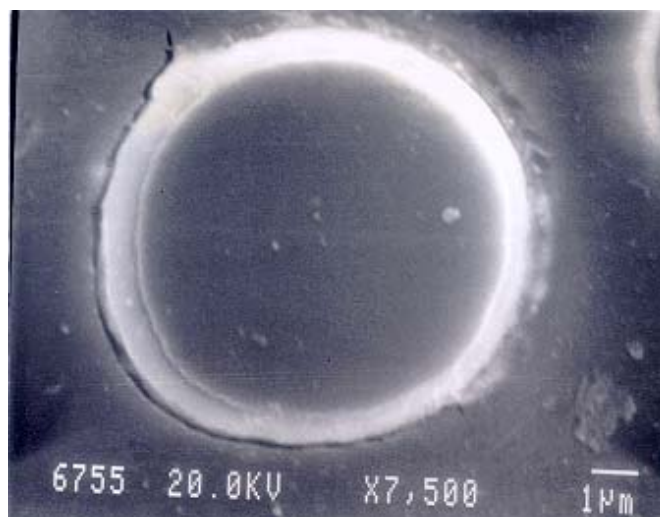
manteniéndose la fibra en el baño el mismo tiempo. La Figura 2.18 muestra una micrografía electrónica tomada en fibras embutidas en resina epoxi en las que se puede observar la presencia de una capa de níquel muy delgada e irregular en algunas fibras. Sin embargo, también puede comprobarse que el níquel se reduce y precipita en forma de cristales adheridos, o no, a la fibra. Se intentó comprobar si el problema era de la incorrecta catalización de la fibra, pero en cualquiera de los casos los depósitos de níquel eran similares. Se hicieron también varias experiencias en las que se añadió una cantidad superior de agente reductor (incluso hasta 10 veces superior a la concentración inicial) comprobándose que la reacción seguía produciéndose pero sin resultados satisfactorios.

**3<sup>er</sup> baño.**- En ésta ocasión los resultados fueron notablemente mejores. La temperatura de óptima de trabajo para este baño está entre 333-338 K. La reacción se da en una mucha mayor extensión (la efervescencia es muy intensa) y se completa en aproximadamente 20 minutos.

Los recubrimientos obtenidos son bastante homogéneos y de un espesor algo mayor que en el caso del cobre, normalmente entre 0,4-0,6  $\mu\text{m}$ . Todas las fibras tienen recubrimiento, no observándose una cantidad significativa de fibras desnudas. En la Figura 2.19 puede observarse la regularidad y homogeneidad del recubrimiento en una foto tomada en microscopio electrónico. La Figura 2.20 muestra un detalle de una fibra con una gruesa



**Figura 2.19.-** Recubrimiento homogéneo y regular de níquel sobre fibras de carbono. (x2000).



**Figura 2.20.-** *Detalle de un recubrimiento de níquel homogéneamente depositado con excelente adherencia con la fibra. (x7500).*

capa de níquel depositada, de excelente homogeneidad y perfectamente adherida a la fibra.

Se han hecho análisis EDS sobre la capa depositada, comprobándose que la capa obtenida tiene un 12,7% atómico de P, como consecuencia de la utilización como agente reductor del hipofosfito sódico.

#### **2.5.4.3.- Resumen de los Resultados Parciales**

1. Se han obtenido unos recubrimientos de buenas características tanto con cobre como con níquel sobre fibras de carbono.
2. Es muy importante la preparación y activación previa de la fibra para conseguir que el recubrimiento tenga buena adherencia, eliminando por completo el recubrimiento de ensimaje proveniente de fábrica.
3. La reacción solamente se da en toda su extensión si se aplica una intensa agitación en el baño.
4. Es necesario un estricto control de las condiciones del proceso y en especial de la temperatura para la deposición del níquel.
5. Se ha de actuar con sumo cuidado para evitar la oxidación posterior del recubrimiento durante el proceso de secado.

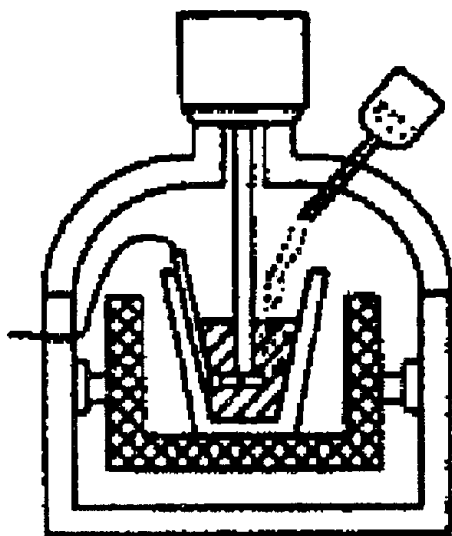
6. La cantidad de fibra que se puede recubrir por litro de disolución es muy pequeña. Sería interesante que se optimizase la cantidad de fibra recubierta por litro de disolución en caso de que se introdujera industrialmente.

## **2.6.- DISEÑO Y FABRICACIÓN DEL EQUIPO PARA MEZCLA EN ESTADO LÍQUIDO/SEMI-SÓLIDO.**

El proceso de fabricación de CMM por mezcla en estado líquido o semi-sólido requiere el diseño y fabricación de un dispositivo cuidadosamente seleccionado que permita la obtención de materiales con interesantes características. No obstante, la complejidad del mismo no debe ser excesiva, ya que el principal objetivo consiste en su utilización industrial. La mayoría de los trabajos encontrados en la bibliografía describen unos dispositivos que en ocasiones son demasiado complejos para su utilización real, sin embargo han sido una gran ayuda para el sistema finalmente utilizado. La gran mayoría de ellos han sido diseñados y puestos a punto para la fabricación de composites reforzados con partículas, ya sea de carburo de silicio, grafito, alúmina, etc. Sin embargo, el tratamiento que se le debe dar a la fabricación de composites reforzados con fibra corta debe plantearse de manera diferente, puesto que es un refuerzo mucho mas difícil de manejar, especialmente cuando la longitud de dichas fibras es tan grande como el inicialmente planteado en la presente investigación (6 mm). En este caso, la adición del refuerzo se hace especialmente complicada debido a su gran tendencia a enmarañarse, taponando los conductos de entrada del refuerzo al metal. Es por ello que en los primeros estadios de la presente investigación se decidió trabajar con un sistema versátil, en el que se pudieran hacer cambios fácil y rápidamente, conforme a como se iban desarrollando los acontecimientos, para solventar las posibles dificultades encontradas durante el desarrollo de la investigación.

En el presente trabajo, para solventar los escollos técnicos, se han aplicado los conocimientos y experiencia técnica obtenidos por el autor de la presente Memoria durante su colaboración en algunos proyectos de investigación íntimamente relacionados con el presente trabajo de investigación, y cuyos resultados técnicos constan en actas de congresos internacionales<sup>56,57</sup>.

En el comienzo de la presente investigación se pretendió utilizar el mismo sistema que previamente se había desarrollado para la fabricación de composites Al/SiC<sup>57</sup>. Dicho sistema experimental se presenta de manera muy resumida en la Figura 2.21. Este es un



**Figura 2.21.-** Sistema cerrado de fabricación por mezcla en estado líquido o semi-sólido.

sistema cerrado en el que el crisol permanece en una cámara metálica cerrada, en cuyo interior hay un horno eléctrico. La incorporación del refuerzo se hace desde el exterior, con caída por gravedad del refuerzo (SiC), situado en un contenedor exterior.

La agitación se realiza con un agitador cerámico situado en la parte superior de la tapa del equipo, extrayéndose o introduciéndose en el interior del crisol de manera solidaria con la tapa cuando se cierra o abre el dispositivo. Esta cámara cerrada permite trabajar con atmósfera inerte y/o

vacío, siendo especialmente interesante para evitar, en buen grado, la oxidación del caldo mientras se agita. El sistema funciona bien a escala de laboratorio, pero resulta caro y complicado para su introducción a escala industrial.

Sin embargo, aunque es un dispositivo que funciona bastante bien para el sistema pulverulento para el que fue diseñado, la adición de fibra de carbono corta resultaba poco menos que imposible debido a dos razones fundamentales, su tendencia a formar cúmulos o marañas de fibras, y a su baja densidad. Esto, por un lado llevaba a la formación de tapones en la estrecha entrada de refuerzo (8-10 mm de paso y tubo de 18 mm de diámetro externo) desde el contenedor hasta el fundido agitado que impedían la entrada de fibra, y por otro lado, debido a la separación existente entre el final del tubo de entrada y el vórtice, la poca fibra que se introducía hasta este punto, en vez de dirigirse e introducirse en el caldo se depositaba en cualquier sitio de la cámara, debido a las corrientes calientes ascendentes desde el crisol hacia la parte superior del dispositivo. Esto sucede incluso cuando la fibra es inyectada con una corriente de argón.

Sin embargo, como se ha comentado anteriormente, este es un proceso que asegura una buena calidad de los composites Al/SiC y Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> fabricados, como lo demuestra el

hecho de que la mayor empresa mundial de fabricación de estos dos tipos de composites, Duralcan, tenga unas enormes instalaciones de producción con un dispositivo muy parecido al descrito. No obstante, la inversión necesaria para la fabricación y montaje de estas instalaciones es elevadísima, solamente asequible para grandes empresas que tienen asegurado su mercado y pueden vender grandes tiradas de su producto con relativa facilidad, mientras que no es así para bajas producciones en instalaciones mas pequeñas.

En función de los resultados y conclusiones extraídas de las primeras experiencias, se decidió construir para el presente estudio en un dispositivo mucho más versátil, como es el que en adelante se va a describir, haciendo mejoras paso a paso en función de los resultados que se iban obteniendo.

Para el diseño y montaje del dispositivo se tuvieron en cuenta una serie de parámetros fundamentales en este proceso de fabricación, cuya influencia en el material final será discutida en el siguiente capítulo 3:

1. Temperatura de procesado: En la presente investigación se pretende trabajar tanto en mezcla en estado líquido como semi-sólido y establecer comparaciones entre ambos procesos para el sistema fibra-matriz elegido. El rango de temperatura, pues, estará entre 868-903 K para el proceso rheocasting, y un máximo de alrededor de 973 K (aun por determinar) para el stir-casting.
2. Velocidad de cizalla: Normalmente en la bibliografía es mucho más habitual que se mencione la velocidad de agitación en lugar del parámetro aquí señalado. Sin embargo, la capacidad de adición de fibras al vórtice y la agitación real creada en el seno del fluido agitado dependerá no solo de la velocidad de agitación sino de la relación de diámetros entre el agitador y el crisol donde está el metal fundido ( $d/D$ ), siendo mayor la cizalla para una relación de diámetros más cercana a 1, a igual velocidad de agitación. En nuestro caso, la relación de diámetros era superior a 0.8 como se verá mas adelante, aunque la literatura aconseja solamente que ésta sea superior a 0.5 en fluidos no newtonianos<sup>58</sup>.

3. Tiempo de agitación: Afectará directamente a la cantidad de óxidos formados y a la homogénea distribución o no del refuerzo. Será un parámetro a optimizar al máximo.
4. Geometría del agitador: Tendrá gran influencia en el reparto del refuerzo y la facilidad de adición del refuerzo a la matriz.
5. Sistema de adición del reforzante: Uno de los puntos más difíciles de resolver en la presente investigación. Como se comentará mas adelante se probaron varios sistemas, desde adición por gravedad, inyección al vórtice y adición por debajo del caldo. En la bibliografía se han encontrado referencias en las que se ha utilizado todo tipo de sistemas de adición.
6. Sistema de conformado: Es importante conseguir una alta velocidad de solidificación de la mezcla colada, para evitar fenómenos de flotación del refuerzo, exceso de reactividad y microestructuras indeseables en la matriz. Los problemas de colabilidad del material son otro factor a tener muy en cuenta, por lo que se diseñó



**Figura 2.22.-** Dispositivo experimental utilizado en la presente investigación.

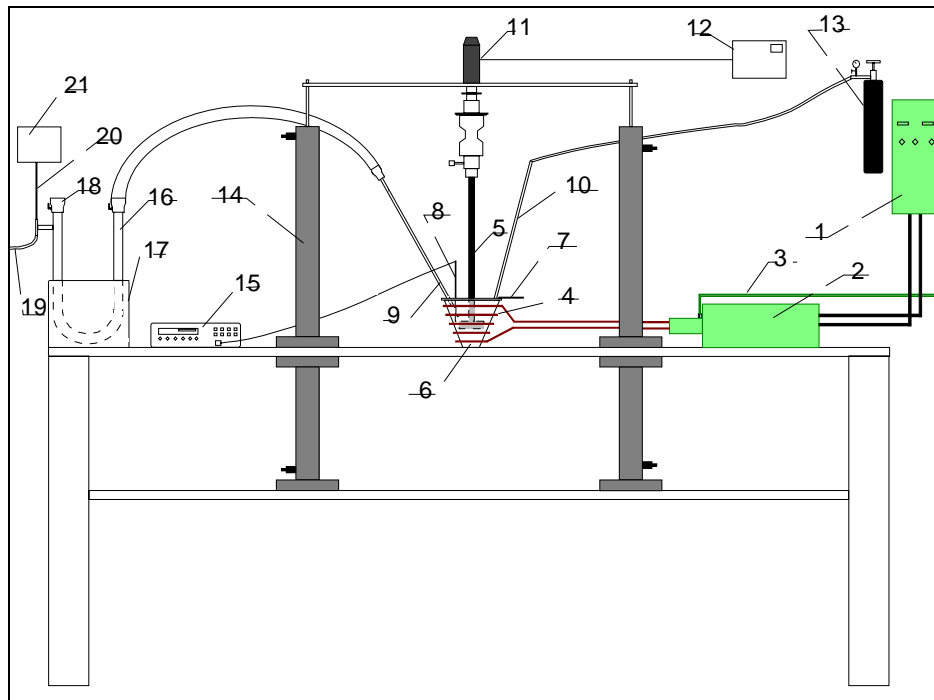


un molde metálico para conformado bajo presión (forja líquida) que además de solucionar este problema mejorara los anteriores.

En adelante se hará una descripción de todo el sistema finalmente utilizado, que en conjunto se puede observar en la Figura 2.22 con uno de los sistemas de adición del refuerzo diseñados durante la investigación. Los detalles de cada uno de los elementos del sistema están descritos en la siguiente Figura 2.23, también incluida en una publicación surgida de la presente investigación<sup>59</sup>.

### **2.6.1.- Sistema de Calentamiento**

El horno utilizado en la presente investigación es un horno de inducción de media frecuencia sin ningún sistema cerrado. Se trata de un horno GH-Elin con una potencia máxima de 50 Kw y frecuencias máximas de 50 Khz. Se fabricó una espira de inducción con un tubo de cobre de 8 mm de diámetro, que ajustara perfectamente al diámetro del crisol de carburo de silicio utilizado. El horno no tiene un sistema de regulación propio de la temperatura, por lo que la potencia se regula manualmente con la ayuda de un termopar tipo K (cromel-alumel) con vaina cerámica (alúmina) para evitar la reacción con el aluminio fundido. El termopar está conectado a un lector digital calibrado en todo el rango de temperaturas. La precisión en la lectura de la temperatura es muy buena (incertidumbre máxima de  $\pm 5$  K), pero la regulación de la potencia del horno es manual, por lo que la temperatura durante el proceso siempre ha oscilado  $\pm 3$  K, lo que hay que sumar a la incertidumbre propia en la medida. La regulación de esta temperatura es muy importante, sobre todo en el proceso de adición en estado semi-sólido, puesto que variaciones mínimas de temperatura se traducen en variaciones apreciables de microestructuras en el intervalo sólido-líquido y de viscosidad.



**Figura 2.23.-** Esquema del equipo de fabricación de composites de matriz metálica por mezcla en estado líquido o semi-sólido: 1.- Cuerpo del horno de inducción; 2.- Inductor; 3.- Sistema de refrigeración de la espira de inducción; 4.- Espira de inducción; 5.- Agitador de grafito; 6.- Crisol de SiC; 7.- Tapa del crisol; 8.- Termopar; 9.- Tubo de adición del reforzante; 10.- Tubo para la inyección del gas protector del metal líquido (argon); 11.- Motor para el giro del agitador; 12.- Variador de velocidad del motor de agitación; 13.- Bombona de gas argon para la protección de la atmósfera; 14.- Pistones hidráulicos para el movimiento vertical del agitador; 15.- Multímetro controlador de la temperatura del metal fundido; 16.- Tubo para calentamiento y adición del reforzante; 17.- Horno eléctrico para calentamiento del reforzante; 18.- Llave de entrada para adición del reforzante; 19.- Tubo de entrada de gas argon a presión para arrastre del elemento reforzante hasta el metal en agitación; 20.- Conexión a vacío para protección del reforzante en el horno de calentamiento; 21.- Bomba de vacío.

La utilización del sistema de fusión aquí descrito tiene dos importantes ventajas sobre sistemas de fusión por resistencias eléctricas:

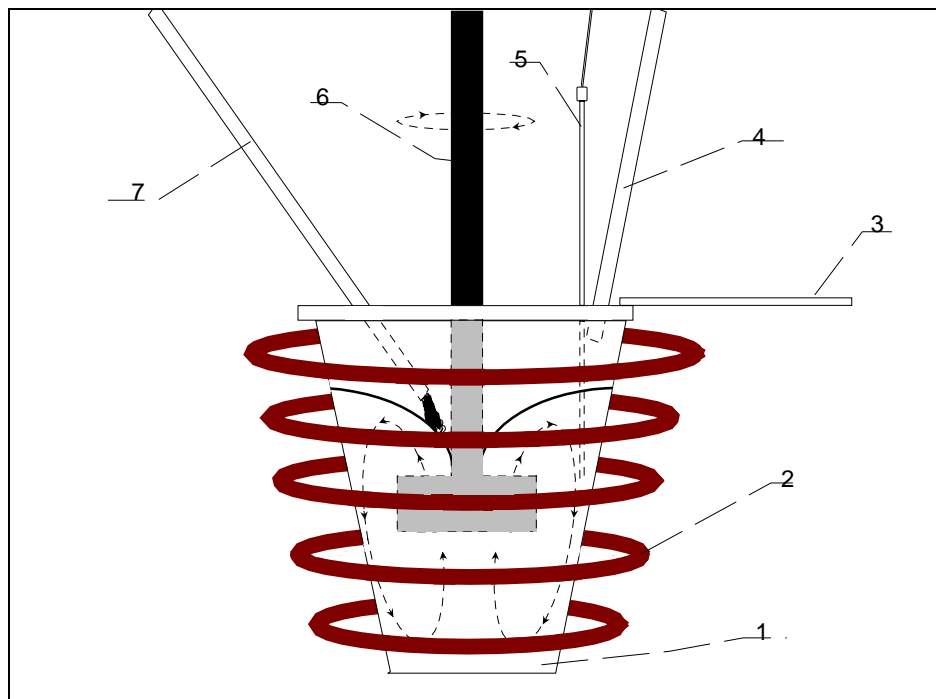
1. *Rapidez.*- Los sistemas de fusión por inducción son extremadamente rápidos en el calentamiento de aleaciones metálicas inducibles magnéticamente, como es el caso del aluminio. Por supuesto, el rendimiento en el calentamiento no será tan elevado como en aleaciones ferromagnéticas, pero con el equipo descrito pueden realizarse fusiones de 3-4 kilogramos de aluminio en menos de 10 minutos partiendo de la temperatura ambiente. Esta rapidez en el calentamiento se traduce no sólo en un mayor rendimiento sino en que cabe la posibilidad de mantener el metal menos tiempo fundido, lo

que se traduce en una menor oxidación. Por otra parte, en el proceso de compocasting, donde la mezcla fibra-matriz se hace en el estado semi-sólido y la colada en el líquido, el tiempo necesario para subir la temperatura un intervalo de 50 K se reduce por debajo del minuto, disminuyendo el tiempo en que la fibra de carbono está reaccionando con el aluminio.

2. *Agitación.*- Los sistemas de fusión por inducción en baja y media frecuencia dan lugar a flujos de agitación en el interior del fundido como consecuencia de su respuesta al campo magnético creado. Esto tiene especial importancia para mantener la agitación y, por tanto, la buena distribución del refuerzo desde que se para el agitador y se saca de la mezcla hasta que se realiza la colada.

La Figura 2.24 muestra un detalle de la anterior en el que se ve un detalle de la disposición de la espira inductora, crisol cerámico, agitador, inyección de argón protector de la atmósfera que rodea el aluminio y lanza de inyección del refuerzo.

El crisol en todo momento permanece cerrado con una tapa metálica fabricada a tal

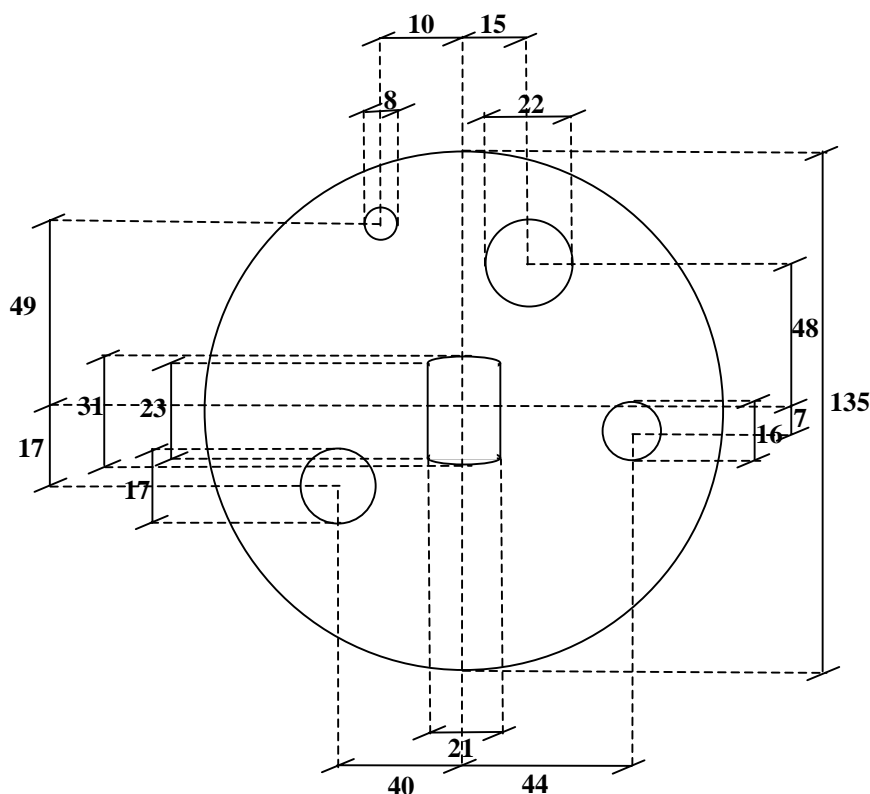


**Figura 2.24.-** Detalle del crisol, zona de mezcla y flujo creado por el agitador: 1.- Crisol de grafito; 2.- Espiras de inducción; 3.- Tapa del crisol; 4.- Tubo para inyección de gas protector de atmósfera (argón); 5.- Termopar; 6.- Agitador de grafito; 7.- Tubo para la adición del agente reforzante.

efecto, con entradas para tubos de inyección de refuerzo y de protección de la atmósfera, agitador y termopar. Esta tapa se incluyó en el sistema después de observar en las primeras experiencias que se formaba una gran corriente de convección que podría hacer subir al gas argón protector en contacto con la superficie del caldo y permitir la entrada de oxígeno que pudiera oxidar el caldo. La tapa permitía que dichas corrientes se formaran solamente dentro del crisol, donde continuamente era insuflado gas inerte (argón en un caudal de 2-3 l/min), que por ser mas pesado que el aire lo desaloja del interior y evita su contacto con el metal.

Las espiras se rodearon de una manta cerámica, habitualmente utilizada en hornos de fundición (hecha de sílice y alúmina), para evitar que las oscilaciones de temperatura fueran mayores, evitando el enfriamiento brusco del metal fundido.

Se mecanizó la tapa de una chapa de 5mm de espesor de acero inoxidable. Las dimensiones de la tapa del crisol están incluidas en el dibujo de la Figura 2.25, a la que



**Figura 2.25.-** Esquema de la tapa para el crisol. Se mecanizó sobre chapa de acero inoxidable de espesor 5 mm. Todas las dimensiones están en mm.

se le soldó un asa del mismo material para facilitar su manejo.

### 2.6.2.- Sistema de Agitación

Se diseñaron y mecanizaron diferentes sistemas de agitación del metal líquido. El diseño de las paletas de los agitadores ha venido principalmente impuesto por las necesidades de flujo dentro del sistema, con el objetivo de conseguir la más óptima y homogénea repartición del refuerzo en todo el volumen de la pieza final.

Se puso principal atención a dos parámetros fundamentales en el diseño de los agitadores como son:

Diámetro de las paletas. - Este es el parámetro que controla la velocidad de corte, "shear rate", dentro del sistema. Teniendo en cuenta que el diámetro del crisol va a ser fijo, se han diseñado unos agitadores que cumplen una relación de diámetros **D/d** (siendo **d** el diámetro del agitador y **D** el diámetro del crisol) superior a 0,8. Dicha cifra está entre los valores que la bibliografía aconseja como óptimos (0,6-0,85) para la fabricación de composites por mezcla en estado fundido. Hay una ley que nos permite calcular la velocidad de corte en el flujo de fluidos:

$$\eta = \frac{2\Omega K}{1 - K^2}$$

donde :

$$K = \frac{d}{D} \quad \} \text{ d es el diámetro del agitador y D el diámetro del crisol.}$$

$\Omega$ = Velocidad expresada en radianes/segundo

La bibliografía aconseja utilizar una máxima velocidad de corte de 400  $\text{sg}^{-1}$  (referencias 61, 62 y 69 del primer capítulo). La relación d/D utilizada en nuestro caso es de 0,823 (d = 70 mm y D = 85 mm). Por lo tanto, sustituyendo en la primera ecuación, para alcanzar

una velocidad de corte de  $400 \text{ sg}^{-1}$  se necesita aplicar una velocidad de 750 r.p.m. en el agitador. Estas son unas condiciones muy extremas. Normalmente se trabajó a velocidades inferiores a ésta, por lo que siempre se estuvo por debajo de la velocidad de corte máxima. Hay que tener especial atención a evitar la rotura de las fibras, la cual será mayor cuanto mayor sea la velocidad de agitación.

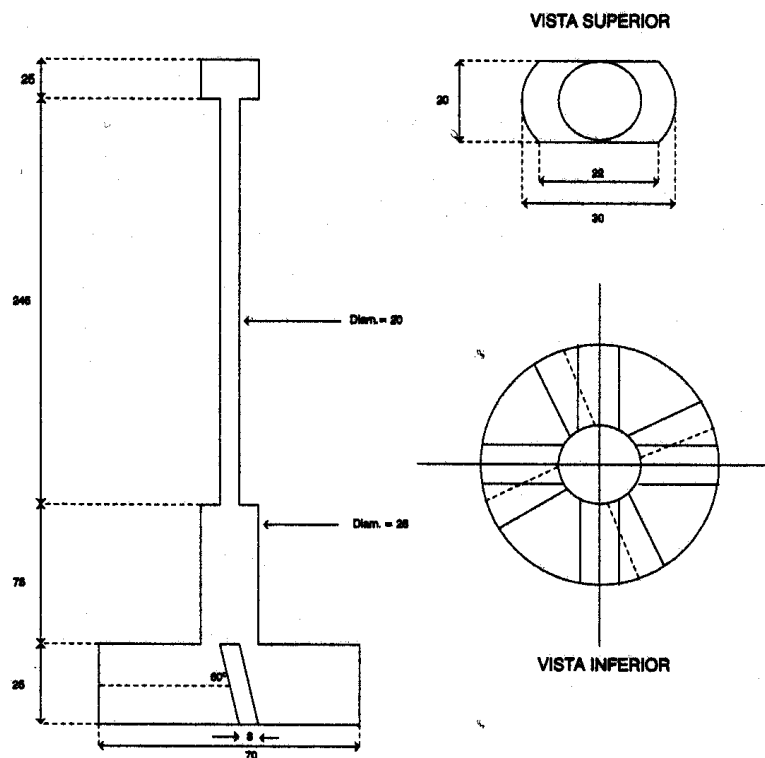
Número e inclinación de paletas.- En este caso se hicieron diferentes pruebas con diferente número de paletas (2 ó 4) y con inclinaciones diferentes ( $45^\circ$ ,  $0^\circ$  y  $-45^\circ$  con respecto a la dirección del movimiento del agitador). La inclinación de las paletas  $45^\circ$  hacia arriba o hacia abajo con respecto al sentido de giro del agitador, crea diferentes flujos de mezcla dentro del metal en estado líquido, lo cual influye directamente en el posterior reparto del refuerzo. Cuando se utilizaron palas inclinadas hacia abajo, según el sentido de giro, se favoreció un flujo hacia el fondo del crisol. Sin embargo, cuando se utilizaron inclinadas hacia arriba, se favoreció el flujo hacia la parte superior del crisol. El uso de agitadores con paletas no inclinadas favoreció el flujo radial. La simulación en ordenador fue casi imposible ya que no existen valores fiables para la viscosidad de la mezcla aleación/fibra de carbono para estas temperaturas. Por ello se



**Figura 2.26.-** Agitador de grafito utilizado para el proceso de mezcla en estado líquido y semi-sólido.

recreó una situación semejante mediante un montaje experimental sencillo, consistiendo en agua y pequeñas bolas de poliestireno expandido en un gran vaso de precipitado de vidrio. Con la adición de pequeñas bolas de poliestireno se observó el flujo preferente de las mismas dentro del vaso de vidrio. También se hicieron pruebas reales de adición de fibras cortas de carbono en aluminio, comprobándose en cada caso cómo se introducían las fibras por el vórtice y si ocurría un rechazo posterior de las mismas por las paredes del crisol o no. Un estudio basado en el mismo tipo de pruebas de adición de partículas en agua ha sido hace tiempo modelizado con éxito para el estudio de adición de refuerzos en metales fundidos agitados<sup>60</sup>.

En nuestro caso, al tener un refuerzo de una densidad notablemente menor que la matriz, el flujo más idóneo, es decir, con el que se consiguió una mejor adición a través del vórtice sin rechazo posterior de las mismas, así como un mejor reparto de las fibras por todas partes de la pieza, se consiguió con los *agitadores de 4 paletas inclinadas 45° hacia abajo con respecto a la dirección de flujo*. Por ello, después de unas pruebas preliminares con los tres diseños de agitador, se decidió utilizar el anteriormente señalado, cuya forma se puede



**Figura 2.27.-** Diseño del agitador de grafito utilizado para el proceso de mezcla en estado líquido y semi-sólido.

ver en la Figura 2.26. El material utilizado ha sido grafito. Las dimensiones y diseño se han incluido en la Figura 2.27.

La parte superior del eje del agitador está unida a un motor marca Isoflux Isomotors, trifásico con velocidad máxima de giro de 3000 r.p.m. Dicho motor tiene un sistema que permite conocer en todo momento la velocidad de giro y, mediante un variador, regular la misma.

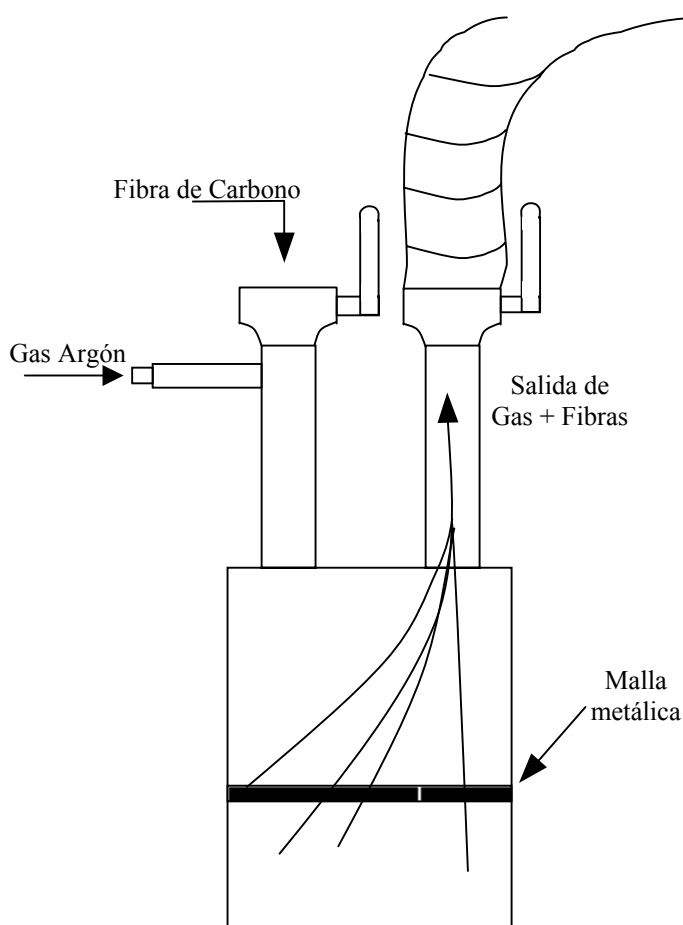
El motor está montado sobre dos cilindros movidos por un sistema hidráulico (aceite) que permite introducir el agitador hasta la altura deseada dentro del crisol, de la misma manera que se extrae después de la operación de agitación para proceder a la colada de la mezcla.

### **2.6.3.- Sistema de Alimentación del Refuerzo**

Se decidió utilizar un sistema de alimentación del refuerzo que permitiera la introducción del mismo sin necesidad de hacerlo manualmente. La adición de fibras de manera manual, además de no ser el sistema mas adecuado para una futura introducción industrial, supone la necesidad de añadir una gran cantidad de fibras poco a poco, depositando las mismas cerca del vórtice, puesto que en caso de dejarlas caer desde una altura relativamente pequeña, debido a su baja densidad, son arrastradas por las corrientes ascendentes creadas por la agitación en el crisol, provocando graves molestias al operario (las fibras además de ser irritantes a la piel y ojos, pueden significar un grave riesgo para la salud). Este proceso manual es muy lento, por lo que se consideró la necesidad de utilizar algún sistema de adición. Se han diseñado y probado varios sistemas de adición de fibra, en los cuales se han conseguido diferentes resultados, como se describe a continuación.

El primer diseño utilizado se basó en unas experiencias previas en las que se comprobó que el arrastre de las fibras hacia el vórtice no se lleva a cabo fácilmente, debido principalmente a la tendencia de las fibras a formar marañas y, en menor medida, a que éstas no son arrastradas por una corriente de gas inerte a menos que ésta sea muy grande





**Figura 2.28.-** Primer sistema diseñado para la adición de fibras al metal en agitación.

o se cree una sobrepresión de gas en el sistema que obligue a las fibras a salir arrastradas de dentro del mismo. Es por ello que, con el fin de solucionar estos dos principales problemas, se diseñó un sistema en el que las fibras fueran arrastradas de abajo hacia arriba, que mejorase la separación de las fibras individualmente. Además, las fibras serían arrastradas por una sobrepresión de gas inerte (que no oxide el caldo) creada dentro del recipiente metálico, a través de unas canalizaciones anchas que no se taponaran por la formación de acumulaciones de fibra. Dicho sistema, estaba basado en un contenedor cilíndrico de metal con dos orificios en la parte superior, para entrada y salida de fibra hacia el crisol (ver Figura 2.28). En el interior del mismo se crearía una sobrepresión de gas inerte a través de una entrada soldada al conducto de entrada de gases. Con el fin de facilitar el arrastre de la fibra introducida en el interior del recipiente por el gas inerte, se soldó una malla metálica en el interior del recipiente (a media altura) que evitase que las fibras cayeran al fondo del recipiente y no se vieran



**Figura 2.29.-** Segundo diseño de sistema de adición de fibras basado en el arrastre de fibras por una corriente de gas inerte.

arrastradas por la corriente de gas inerte. Una vez que las fibras se añadieran al interior del recipiente y se calentaran (el recipiente se colocaba en el interior de un horno eléctrico), se introducía una sobrepresión de gas inerte que, al abrir la llave de salida hacia el crisol bruscamente, arrastraba las fibras de carbono hasta el final de la conducción, situado a pocos centímetros del vórtice. La Figura 2.28 muestra un croquis de dicho diseño.

Sin embargo, dicho sistema se descartó rápidamente principalmente porque la sobrepresión mínima de gas necesaria para arrastrar las fibras por el conducto de salida era suficiente como para que gran parte del aluminio fundido dentro del crisol se viera arrastrado hacia fuera, produciendo salpicaduras. Otro problema residió en que las fibras no eran separadas unas de otras de manera muy efectiva, por lo que se seguían produciendo taponamientos de fibras, incluso con canalizaciones anchas.

Por ello, se diseñó el siguiente sistema, el cual se puede observar en la Figura 2.29. Dicho sistema estaba basado en el anterior, con la diferencia que ahora las fibras serían arrastradas por una corriente de argón que circulaba a través de una canalización metálica en forma de U. En este caso, la parte inferior de la U metálica también se introducía dentro de un horno de resistencias, razón por la cual se añadió una bobina de refrigeración en la parte superior de los dos tubos para evitar que se quemaran las juntas de las válvulas. En este caso, las fibras se añadían al fondo de la U y se dejaban calentar hasta la temperatura deseada, momento en el cual se abría la salida hacia el crisol y se insuflaba argón. Dicho gas argón arrastraba las fibras hasta el vórtice del aluminio en agitación. Este sistema funcionó bien, con excepción de la formación, en ocasiones, de tapones de fibras en la parte final de la canalización (aquel lugar donde se estrechaba para acceder al crisol y llegar al vórtice), obligando a parar el proceso para su desatascos. Es un sistema que, además, consigue separar la fibra de mejor manera que lo hacía el anterior sistema descrito. Sin embargo, debido a que durante el proceso de fabricación finalmente se optó por la utilización de fibras sensiblemente mas cortas (entre otras cosas también por la dificultad de la adición de fibra), se desechó su utilización en el presente estudio.

El tercer sistema de adición de refuerzo fue aquel utilizado para la adición de fibras de longitud inferior a 0.5 mm. En este caso la formación de acumulaciones de fibra fue sensiblemente inferior, lo que permitió la utilización de un pequeño contenedor metálico que se llenaba de fibras y se conectaba al tubo que las llevaba hasta el vórtice. Una vez que las fibras llenaban el recipiente, se conectaba la entrada de argón a la parte posterior y se insuflaba argón poco a poco hasta que se añadía toda la carga. La adición de toda la cantidad de fibras necesaria se realizaba en varias cargas del recipiente.

Se intentó introducir la fibra de carbono dentro del aluminio mediante un sistema de adición por debajo de la superficie del caldo. Ello evitaría en gran medida la formación de óxidos y su atrape por el aluminio, ya que no se necesitaría la formación del vórtice (a través del cual se introducen la mayor parte de ellos), sino que solamente se necesitaría la agitación suficiente para mantener las fibras en suspensión y conseguir un buen reparto de las mismas dentro del crisol. Para ello se mecanizó un tubo de grafito,

en el cual se introducían las fibras, y un émbolo que las empujaría una vez que un extremo del tubo de grafito se introdujera dentro del aluminio. Sin embargo, debido a la poca mojabilidad del carbono por el aluminio y a la tendencia de formar acumulaciones de fibra (mucho mas que las partículas), las fibras se iban introduciendo en el aluminio en forma de marañas que rápidamente flotaban hacia la superficie del caldo, ya que el aluminio era incapaz de mojar las fibras y separarlas.

Por todo ello, la rutina experimental del presente estudio se hizo principalmente con la utilización de dos tipos de sistemas de alimentación, siendo éstos el tubo en forma de U para la adición de fibra más larga (6 mm), y la inyección de fibras con argón directamente desde un contenedor, para la fibra más corta ( $< 0.5$  mm).

#### **2.6.4.- Sistema de Conformado**

Aunque se hicieron pruebas de colada por gravedad en coquilla metálica, debido a que la fibra tenía tendencia a flotar a la parte superior de la pieza, y a que la calidad metalúrgica no era tan buena como la que se obtenía mediante colada a presión en molde metálico (forja líquida), se decidió utilizar dicho sistema de conformado. Todo el utillaje utilizado fue diseñado y fabricado para la fabricación de composites por forja líquida, es decir por infiltración de preformas porosas del material de refuerzo, por lo que todo el proceso se explicara con detalle en el punto 2.7.

### **2.7.- PUESTA A PUNTO DEL PROCESO FORJA LÍQUIDA.**

El proceso de fabricación de composites de matriz metálica a través de la técnica de forja líquida es un proceso bien conocido a escala de planta piloto y laboratorio en muchos centros de investigación y universidades europeas y americanas. Sin embargo, su introducción industrial todavía no goza de una amplia implantación en Europa, siendo Estados Unidos y Japón los dos países que mayores avances, en cuanto a la aplicación de esta tecnología en componentes reales, han experimentado en las últimas décadas. Incluso en estos países, su aplicación se ha llevado a cabo en aleaciones no reforzadas y no en la fabricación de composites. En los últimos años en Europa se han

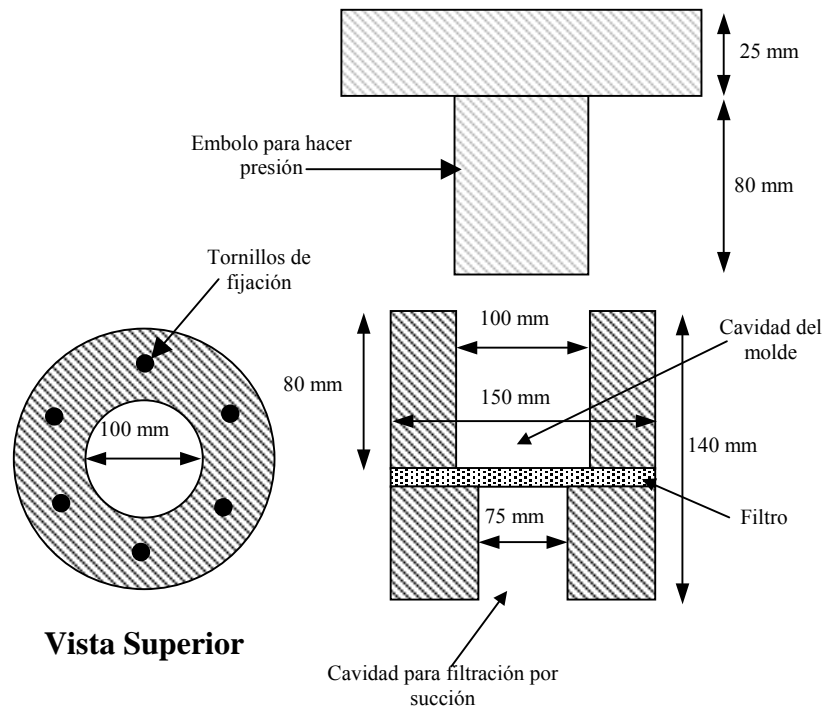
desarrollado un buen número de proyectos en los que se está introduciendo esta técnica en la fabricación de componentes reforzados localmente, tales como discos de freno de automóviles y trenes, discos de embrague, tambores de freno, pistones de motor (en automóviles y motocicletas) y camisas de cilindro principalmente. Su introducción real en producción se espera que se lleve a cabo en un plazo de tiempo relativamente corto.

Existen máquinas de squeeze casting disponibles en el mercado, aunque todas ellas han sido desarrolladas para la fabricación de aleaciones ligeras no reforzadas, aunque podrían ser adaptadas para la fabricación de composites<sup>61</sup>. Sin embargo, su precio es demasiado elevado para su uso en investigación, siendo solamente interesante para producciones industriales. Por ello, con la información existente en la bibliografía sobre la fabricación de composites de matriz metálica por ésta técnica, se diseñó, fabricó y montó un dispositivo de fabricación de CMM a escala planta piloto, tanto para la fabricación de preformas del material de refuerzo como para su infiltración con aluminio líquido.

### **2.7.1.- Diseño y fabricación del utillaje y dispositivo de infiltración de preformas cerámicas.**

Primeramente se abordó el diseño y fabricación del molde para la fabricación de preformas con la fibra de carbono. Para ello, teniendo en cuenta las dimensiones del molde metálico donde dichas preformas se iban a infiltrar, se fabricó un molde para la fabricación de las mismas.

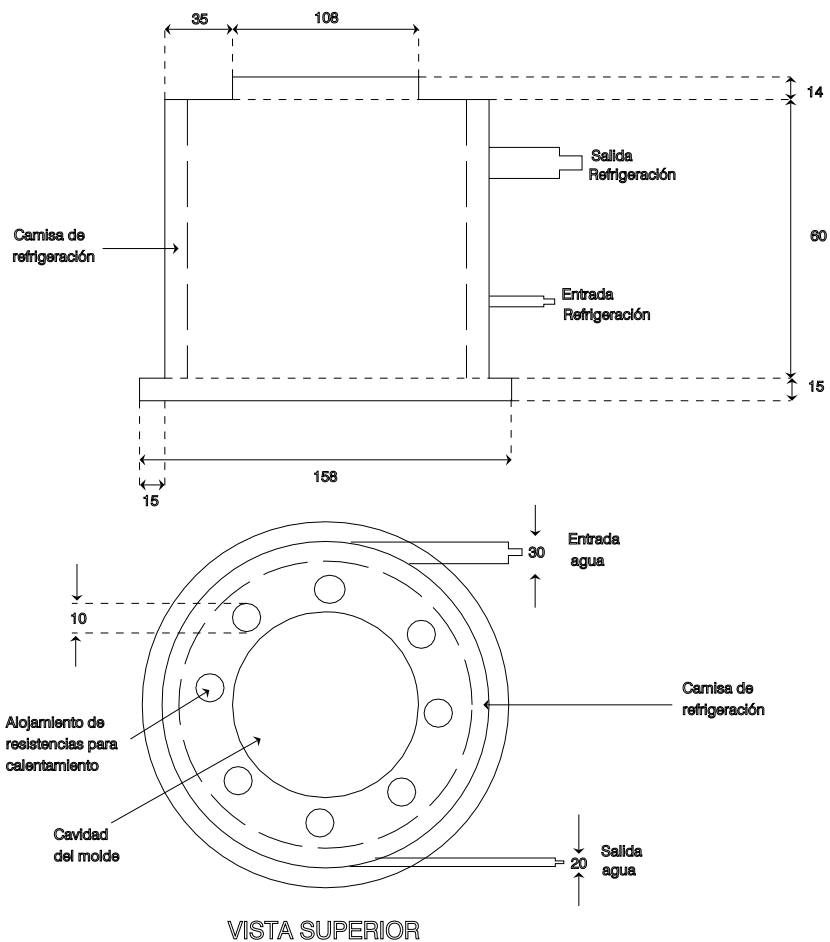
El molde utilizado tiene las dimensiones señaladas en la Figura 2.30 y está fabricado en PVC. Las fijaciones entre la cavidad del molde y la parte inferior del mismo se hicieron con tornillos pasantes, colocándose entre medias de las dos piezas del molde un filtro o rejilla metálica que actúa como elemento que retiene las fibras de carbono para la fabricación del preforma, permitiendo la eliminación del agua y ligante en exceso con ayuda de una bomba de succión. El émbolo permite la aplicación de presión sobre la preforma que queda en el filtro, permitiendo no sólo la eliminación de todo el agua y



**Figura 2.30.-** Molde de PVC utilizado para la fabricación de preformas para el proceso de squeeze casting.

ligante en exceso retenido en la preforma, sino también conseguir unas preformas con mayor contenido en volumen de refuerzo.

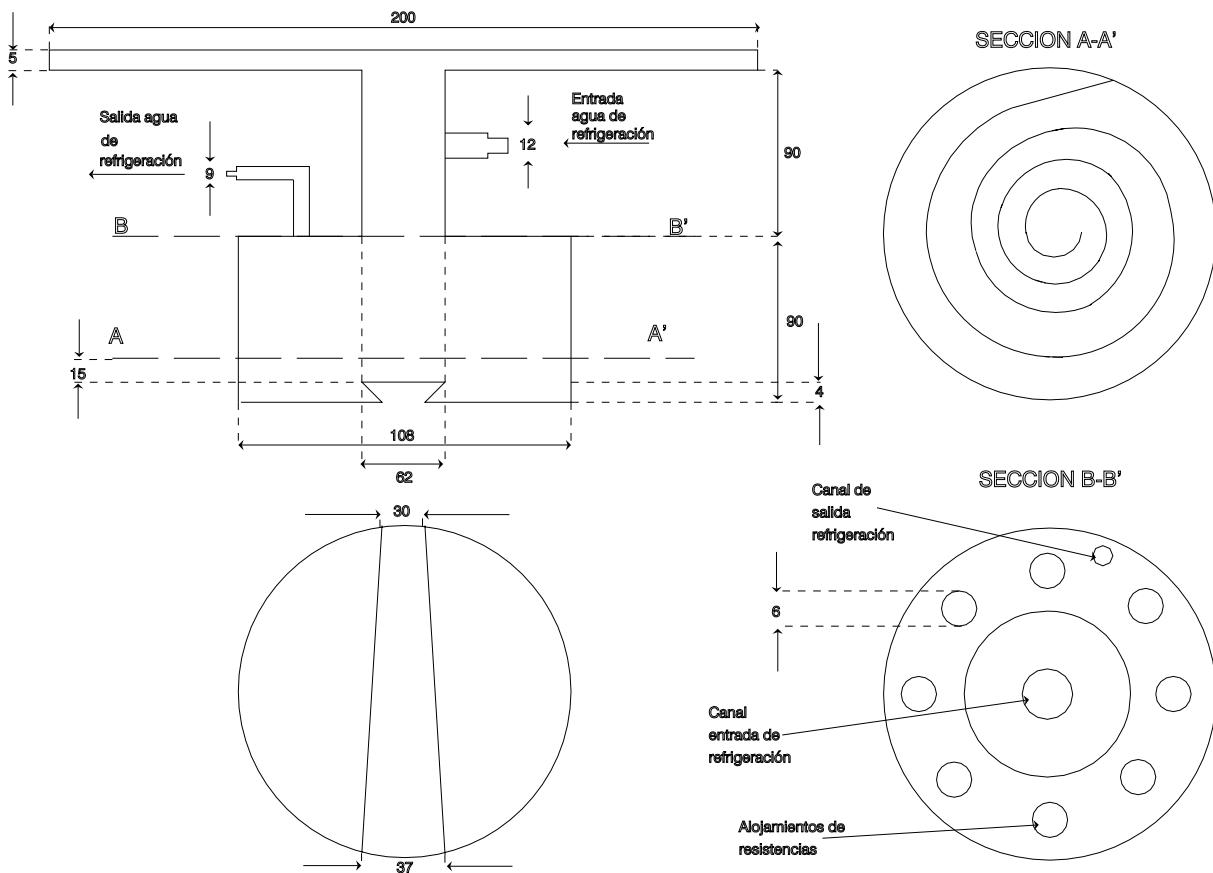
El utillaje diseñado y fabricado para la infiltración de las preformas está constituido por dos piezas, el molde o cavidad donde se introduce la preforma cerámica y el pistón para ejercer la presión sobre el fundido. La Figura 2.31 y 2.32 muestran los croquis del molde y pistón respectivamente. El utillaje se fabricó en un acero especial para trabajo en caliente (W302 ó H13 en denominación americana AISI). Todo el utillaje se trató térmicamente para aumentar la dureza hasta HRC 45, seguido de una nitruración después del mecanizado a dimensiones finales. Los dos tratamientos son muy importantes para que el utillaje adquiriera la dureza adecuada y que no se dañen las superficies en rozamiento, es decir las paredes de la cavidad del molde y las paredes del pistón que se introduce dentro del molde durante la infiltración de la preforma.



**Figura 2.31.-** Vista superior y alzada del molde metálico diseñado y fabricado para la fabricación de CMM por infiltración de preformas.

Tanto molde como pistón se calientan mediante cartuchos de resistencias colocados en cavidades mecanizadas al efecto. El molde, asimismo, tiene una camisa de refrigeración por agua soldada a la parte externa, la cual se colocó después de los tratamientos térmicos y de nitruración. Asimismo, se añadieron las entradas y salidas de agua de refrigeración y se introdujo el termopar, cuyo extremo está situado a 10 mm de la cavidad del molde, atraviesa la camisa de refrigeración y sale al exterior. Se hizo también una soldadura en esta última zona para evitar fugas de agua de refrigeración desde la camisa.

El pistón tiene un diseño mucho más complicado, puesto que tiene cavidades internas de refrigeración y un mecanizado especial para la extracción de la pieza en su parte inferior, así como una pieza en la parte superior para su colocación en el plato superior



**Figura 2.32.-** Croquis del pistón, mostrando secciones A-A' y B-B' donde se observan los canales de refrigeración y alojamiento de resistencias, así como la cola de milano para extracción de la pieza fabricada.

de la prensa hidráulica. La pieza está mecanizada en tres partes, siendo la primera la superior de sujeción a la prensa, la segunda el cuerpo del pistón, con cavidades para alojamiento de resistencias, termopar y canales de refrigeración, y la tercera la inferior, donde hay mecanizada una espira de refrigeración y una cola de milano en la parte inferior que permite la extracción de la pieza una vez acabado el proceso. Las tres piezas, una vez mecanizadas fueron tratadas térmicamente hasta dureza Rockwell C 45 y posteriormente se soldaron, teniendo especial importancia la planaridad entre superficie superior e inferior del conjunto. Una vez soldado y mecanizado el conjunto a dimensiones finales, éste se nitruró, añadiéndose posteriormente los canales de entrada y salida de refrigeración.

De especial importancia tiene el diseño y cálculo de las dimensiones de la cavidad del molde y del pistón. La aplicación de elevada presión sobre un metal fundido, hace que





**Figura 2.33.-** *Conjunto molde-pistón montados en los platos superior e inferior de una prensa hidráulica respectivamente, con una pieza extraída por el pistón del molde. Se puede observar sistemas de sujeción, de refrigeración y de calentamiento.*

éste tienda a escapar por las zonas de rozamiento entre molde y pistón. En caso de que el metal sea muy fluido (como es el caso de muchas aleaciones de aluminio y magnesio) y que el juego molde-pistón no sea el adecuado, el metal escapará a gran presión, con el peligro que ello conlleva para el/los operarios y equipamiento circundante (incluido resistencias del utillaje, etc.), además de no conseguir la infiltración efectiva de la preforma. Debido a ello, se tomó especial precaución en el cálculo de las dimensiones de ambas piezas, teniendo en cuenta las temperaturas de calentamiento de ambas piezas previo a la colada de aluminio, sus dimensiones y coeficiente de dilatación del material utilizado. El utillaje fue diseñado y mecanizado para que ambas piezas tuvieran una diferencia de dimensiones menor de 0.03 mm a las temperaturas del proceso, asegurando de esta manera una buena estanqueidad y evitando las salpicaduras de metal hacia el exterior.

Todo este conjunto se coloca en ambos platos de una prensa hidráulica para la aplicación de presión, como se puede ver en la Figura 2.33.

## 2.8.- REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.

1. Chen Xiu-Qin and Hu Geng-Xiang. *"A TEM investigation on the interfaces of carbon-fiber reinforced aluminum composites"*. Interfaces in Polymer, Ceramic and Metal Matrix Composites. Ed. Elsevier. 1988. pp. 381-388.
2. U. T. S. Pillai, B. C. Pai, V. S. Kelukutty and K. G. Satyanarayana. *"Pressure die cast graphite dispersed Al-Si-Mg alloy matrix composites"*. Materials Science and Engineering, A169 (1993). pp. 93-98.
3. M. Rabinovitch, M.H. Vidal-Setif, J.C. Daux, J. L. Raviart, J. L. Gerard, R. Mevrel, M. Lancin, O. Perez. *"An approach to optimize interfaces in carbon/aluminium and carbon/magnesium metal matrix composites elaborated by hot pressing"*. Proceedings of the ICCM/9. Vol.1. Madrid, 12-16 July, 1993. pp. 683-690.
4. S.-I. Towata, H. Ikuno and S.-I. Yamada. *"Carbon fibre and whisker reinforced aluminium alloys by a squeeze casting process"*. Proceed. of the ICCM-6 & ECCM-2. Vol. II. Ed. by F. L. Matthews, N. C. R. Buskell, J. M. Hodgkinson and J. Morton. 1987. pp. 2.412-2421.
5. Yoshinobu Kimura, Yoshina Mishima, Sokichi Umekawa, Tomoo Suzuki. *"Compatibility between carbon fibre and binary aluminium alloys"*. Journal of Materials Science 19 (1984). pp. 3107-3114.
6. Y. Sawada and M. G. Bader. *"Studies of the interface between carbon fibres and aluminium alloys in melt-infiltrated squeeze-cast metal matrix composites"*. Proceed. of the ICCM-5. San Diego, 29-30 July 1985. pp. 785-794.
7. G. D. Zhang, S. R. Feng, Q. Li, J. T. Blucher and J. A. Cornie. *"Control of interface reactions between P-55 fibers and aluminium alloy matrices during pressure infiltration processing"*. Controlled Interphases in Composite Materials. Ed. H. Isida. 1990. pp. 343-357.
8. Katsuaki Sukanuma. *"Interfaces in fiber/whisker-reinforced alloys"*.
9. C. Milliere and M. Suery. *"Fabrication and properties of metal matrix composites based on SiC fibre reinforced aluminium alloys"*. Materials Science and Technology. Jan. 1988. Vol. 4. pp. 41-51.
10. C. He, G. Zhang and R. Wu. *"The influence of interfacial modification on tensile strength of Gr/Al composites"*. Mat. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 170. 1990. Pp. 257-261.
11. C. He, G. Zhang and R. Wu. *"The effects of matrix alloys on the mechanical properties of graphite/aluminium composites"*. Interfaces in Metal-Ceramics Composites. Ed. by R. Y. Lin, R. J. Arsenault, G. P. Martins and S. G. Fishman. 1989. Pp. 493-503
12. L. Penxing, M. Zhiyan and L. Guobin. *"Matrix alloying element effects on the interfacial bonding and tensile strength of C-Al composites"*. Interfaces in Metal-Ceramics Composites. Ed. by R. Y. Lin, R. J. Arsenault, G. P. Martins and S. G. Fishman. 1989. Pp. 307-319.
13. W. D. Zhuang and G. D. Zhang. *"Designing the matrix of Gr/Al composites"*. Proceed. of the ICCM VIII. Ed. by Tsai and Springer. Vol 2. 1989. Pp. 19H1-19H9.

14. H.-M. Cheng and B.-L. Zhou. "*Effect of silicon additions on characteristics of carbon fiber reinforced aluminium composites during thermal exposure*". J. Mater. Res., Vol. 11, No. May 1996. Pp. 1284-1292.
15. M.H. Vidal-Setif , M. Rabinovitch, J.C. Daux, J. L. Raviart, J. L. Laizet, R. Mevrel. "*Carbon reinforced metal matrix composites: problems involved in using industrial aluminium alloys*". Proc. of ICCM-10, Whistler B.C., Canada. August 1995. pp.449-456.
16. W. P. Hofman. "*Scanning probe microscopy of carbon fiber surfaces*". Carbon. Vol. 30. No. 3. 1992. Pp. 315-331.
17. I. W. Hall and F. Manrique. "*Surface treatment of carbon fibres for aluminium alloy matrix composites*". Scripta Metallurgica et Materialia, Vol. 33, No. 12.1995. pp. 2037-2043.
18. T. Suzuki. "*The compatibility of pitch-based carbon fibres with aluminium for the improvement of aluminium-matrix composites*". Composites Science and Tecnology. Vol. 56. No. 2. 1996. Pp. 144-153.
19. Libro de especificaciones técnicas de las aleaciones de aluminio primario de moldeo grupo Al-Si (L-2652-60; L-2653-60). INESPAL.
20. A. Kelly and W. R.Tyson. "*Tensile properties of fibre-reinforced metals: copper/tungsten and copper/molybdenum*". J. Mech. Phys. Solids, 13, 1965. pp 329-350.
21. F. A. Giroto, L. Albingre, J. M. Quenisset and R. Naslain. "*Rheocasting Al matrix composites*". JOM. Nov. 1987. pp. 18-21.
22. C.J. Quaak and W.H. Kool. "*Properties of semi-solid aluminium matrix composites*". Mat. Sci. and Eng. January 1994. Pp. 1-7.
23. P. G. Karandikar, T. Chou. "*Characterization of aluminium-matrix composites made by compocasting and its variations*". Journal of materials science, 26. 1991. 2573-2578.
24. P. H. Breban, P. H. Bompard and D. Baptiste. "*Influence of the distribution of fibres on the properties of a co-extruded Gr/Al composite*". Mechanics and Mechanisms of Damage in Composites and Multi-Materials. ESIS 11 (Ed. by D. Baptiste). Mechanical Engineering Publications. 1991. pp. 379-394.
25. J. Kryze, P. Breban, D. Baptiste and D. Francois. "*Elaboration of a coextruded graphite fiber-aluminum MMC experimental and analytical relationship between microstructure and sensitivity to damage initiation*". Metal Matrix Composites- Processing, Microstructure and Properties. Ed. N. Hansen et al.. 12th Riso International Symposium on Materials Science. 1991. pp. 455-460.
26. Ch. Haoran, S. Xiaofeng and Z. Changliang. "*Elasto-Plastic behaviour of short fiber reinforced metal matrix composites*". Proceed. of ICCM-10, Vol.2. Whistler, B. C. Canada, August 1995. pp. 481-488.
27. W. D. Johnston and I.G. Greenfield. "*Evaluation of techniques for interface modification in aluminium-matrix composites*". Proceedings of the ICCM VIII. 1991. pp. 19E1-19E12.
28. S. H. Lo, S. Dionne, G. Carpenter and D. Zimcik. "*Effects of thermal exposures on interfacial characteristics of graphite/aluminum composite*". Interfaces in Metal-Ceramics Composites. Ed. by R.Y. Lin et al. 1989. pp. 165-187.

29. S. P. Rawal, L. F. Allard and M. S. Misra. "*Characterization of interface structure in Gr/Al and Gr/Mg composites*". Proceed. of the ICCM6 & ECCM2. Vol. 2. London, 20-24 July 1987. pp. 169-182.
30. R. Wu. "*Interfacial behaviours and its influence on the mechanical properties of carbon fiber reinforced aluminium composites*". Interfaces in Polymer, Ceramic and Metal Matrix Composites. 1989. pp. 245-256.
31. S. Quanwu, G. Shuqi, G. Wenxu and T. Fenjun. "*The interface reaction of C/Al and Gr/Al composites*". Interfaces in Metal-Ceramics Composites. Ed. by R.Y. Lin et al. 1989. pp. 227-232.
32. Ch. Zhongyu, W. Jinbo and H. Xiangui. "*The wetting characteristics and interfacial reactions of aluminium – graphite systems*". Interfaces in Metal-Ceramics Composites. Ed. by R.Y. Lin et al. 1989. pp. 233-240.
33. E. Nyberg. "*Coating particulate SiC in aluminium metal matrix composites*". Key Engineering Materials. Vol. 77-78 (1993). pp. 349-356.
34. J. P. Clement, H. J. Rack, K. T. Wu and H. G. Spencer. "*Interfacial modification in metal matrix composites by the sol-gel process*". Materials and Manufacturing Processes, 5 (1). (1990). pp. 17-33.
35. Y-Q. Wang, Z-M. Wang, J-Y. Yang, F-Q. Zhang and B-L. Zhou. "*SiC coating on carbon fibres by a solution coating process*". Composites Manufacturing 6 (1995). pp 103-106.
36. T. Hong, G. Li, D. Wang, P. Li and R. Wu. "*A new process to fabricate coated fibre reinforced aluminium alloy matrix composite*". Proceed. of ICCM-10, Vol.2. Whistler, B. C. Canada, August 1995. Pp. 139-144.
37. Q. Zheng. "*Aluminium based composites reinforced with alumina coated carbon fibres*". Materials Science and Technology. December 1998. Vol. 14. pp. 1266-1268.
38. H. A. Katzman. "*Fibre coating for the fabrication of graphite-reinforced magnesium composites*". Journal of Materials Science 22 (1987). Pp. 144-148.
39. S. Abraham, B. C. Pai, K. G. Satyanarayana and V. Vaidyan. "*Copper coating on carbon fibre and their composites with aluminium matrix*". Journal of Materials Science 27 (1992). pp. 3479-3486.
40. T. Suzuki, H. Umehara, R. Hayashi and S. Watanabe. "*Mechanical properties and metallography of aluminium matrix composites reinforced by the Cu- or Ni- plating carbon multifilament*". Journal of Materials Research Vol. 8. No 10, Oct. 1993. pp. 2492-2498.
41. B. C. Pai, S. G. K. Pillai, R. M. Pillai and K. G. Satyanarayana. "*Microstructural evaluation of cast aluminium alloy matrix composites*". Solidification of Metal Matrix Composites. Ed. P. Rohatgi. (1990). pp. 191-203.
42. B. C. Pai, R. M. Pillai, V. S. Kelukutty, H. Srinavasa, T. Soman, S. G. K. Pillai, K. Sukumaran, et al. "*Semi-solid slurry process for making short carbon fibre dispersed aluminium alloy matrix composites*". Journal of Materials Science Letters, 13 (1994). pp. 1278-1280.
43. P. K. Rohatgi, D. Nath and Z. Shi. "*Coating of copper on graphite fibers*". Z. Metallkde. Bd. 82. Oct.1991. pp. 763-765.
44. S. J. Sun and M. D. Zhang. "*Interface characteristics and mechanical properties of carbon fibre reinforced copper composites*". Journal of Materials Science 26 (1991). pp. 5762-5766.

45. P. Trespaillé Barrau and M. Suery. "*Microstructural and mechanical characterization of aluminium matrix composites reinforced with Ni and NiP coated SiC particles via liquid processing*". Materials Science and Technology. June 1994. Vol. 10.
46. B. C. Pai and P. K. Rohatgi. "*Copper coating on graphite particles*". Materials Science and Eng. 21 (1975). pp 161-167.
47. Y-M- Ryu, D-Y. Jang, S. K. Lee and J. Kim. "*Manufacturing process of NCG carbon fibre and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> whisker reinforced 2024 Al MMC by squeeze casting*". Proceed. of the ICCM-9. Vol. 1. (1993). pp. 831-838.
48. A. E. M. Warner, J. A. E. Bell and T. F. Stephenson. "*Opportunities for new graphitic aluminium metal matrix composite*". Materials Science and Technology. Sept-Oct. 1998. Vol. 14. pp. 843-850.
49. T. Teranishi, K. Takeda, Y. Yamazaki and M. Miyake. "*Electroless metal plating on carbonaceous mesophase spherules*". Carbon Vol. 24. No 5, pp. 589-594. (1996).
50. S. Ciby, B. C. Pai, K. G. Satyanarayana, V. K. Vaidyan and P. K. Rohatgi. "*Structure formation during processing short carbon fibre-reinforced aluminium alloy matrix composites*". Journal of Materials Engineering and Performance Vol. 2(3) June 1993. pp. 353-357.
51. B. K. Chen, T. Ma and Y. S. Wu. "*Behaviour of carbon fiber electroplated with bi-metals*". Proceed. of ICCM V. (1985). Pp. 709-723.
52. Proyecto financiado por la comunidad europea tipo CRAFT de referencia BRST985287. "*Optimisation of electrodeposition technique for copper recovery and its use in metal matrix composite manufacture*". Actualmente en desarrollo.
53. J. A. Ortega. "*Recubrimientos químicos y electroquímicos*". Informe interno de la empresa IMASA (Barcelona). 1990.
54. J. A. Ortega. "*Níquel químico. Aplicaciones industriales*". Boletín informativo de la asociación AIAS. Julio 1993. pp 8-21.
55. J. Coletto, C. Foruria, A. Madroñero, J. Cruz. "*Liquid state processing of metal matrix composites reinforced by electroless plating coated carbon fibres*". Proceed. of the conference "Dépôts Metalliques avec Particules". Ecole de mines de Saint-Etienne. France. 17-18 Octubre 1996, pp 200-206.
56. J. Goñi, S. Etxeberria, **J. Coletto**, A. Estevas and R. Irigoyen. "*Optimization of AS9U3 recycled/SiCp composites processing for automotive applications*". Proceed. of the ECCM7. London, 14-16 May, 1996. pp. 473-478.
57. J. Goñi, **J. Coletto**, A. García, J. K. Palacios, M. C. Castro, D. Coupard and J. Arriaran. "*Microstructure-properties relationship of AS9U3/SiCp Composites formed by sand and permanent mold casting*". Proceed. of the first international conference on ceramic and metal matrix composites. CMMC6. Trans Tech Publications. San Sebastian, 9-12 Sep. 1997. pp. 487-494.
58. C. K. Koyle, H. E. Hirschland, B. J. Michel and J. Y. Oldshue. "*Mixing in viscous liquids*". AIChE Journal, vol. 16. November 1970, pp. 903-906.

59. J. Coletto, C. Foruria, J. Cruz y A. Madroñero. "*Fabricación por mezcla en estado líquido de composites Al-Si reforzados con fibra corta de carbono*". Actas del II congreso nacional de materiales compuestos. MATCOMP 97. Madrid 25-28 Noviembre de 1997, pp. 511-522.
60. O. J. Ilegbusi and J. Szekely. "*The computation of the velocity fields in mechanically agitated melts for turbulent and non-newtonian regimes*". Metallurgical Transactions B. Vol. 21B. February 1990, pp. 183-190.
61. Squeeze Casting. Tecnologías y Aplicaciones Industriales. Jornadas celebradas en INASMET, 28-29 Mayo 1996.

## ***CAPITULO 3***

**Fabricación y Técnicas de  
Caracterización del Material  
Compuesto de Aleación de  
Aluminio AS7G06 Reforzado con  
Fibras Cortas de Carbono**

### 3.1.- INTRODUCCIÓN

Una vez que se diseñaron y fabricaron los utillajes para las tecnologías de fabricación a desarrollar, se instalaron los dispositivos y se pusieron en marcha, se hizo la elección y se estudió de manera preliminar los componentes del composite a fabricar. Después de poner a punto el proceso de recubrimiento de fibras, se procedió a la fabricación efectiva de los composites. El presente capítulo, pretende hacer una descripción detallada de los pasos que se han seguido en la presente investigación para la fabricación y caracterización de composites de aluminio reforzados con fibra corta de carbono. Se estudiaron los principales parámetros de los procesos de fabricación a través del análisis de las muestras fabricadas, de manera que los parámetros del proceso fueron variando conforme fue avanzando la investigación.

Aunque en un principio se consideró la posibilidad de realizar un diseño de experimentos para cada tecnología de fabricación de composites, estudios paralelos a la presente investigación<sup>1</sup> demostraron que, aunque este tipo de estudios puede ser factible<sup>1,2</sup>, el gran número de variables de incertidumbre intrínsecas de los procesos considerados (en especial la mezcla en estado líquido ó semi-sólido), la variabilidad en la respuesta de los composites de matriz metálica a los ensayos mecánicos (debido a su intrínseca heterogeneidad) y el poco conocimiento que aún se tiene de la verdadera influencia e importancia de cada parámetro de fabricación y ensayo de estos materiales, llevó desechar esta primera alternativa considerada. Por contra, se ha considerado más viable un estudio en el que las variables se fueran ajustando conforme a los resultados obtenidos, dejando abierta la posibilidad de realizar, en un futuro cercano, un diseño de experimentos que ajuste y optimice definitivamente los parámetros de los procesos.

Es importante señalar que, aunque la presente investigación se planteó con el objetivo principal de desarrollar y poner a punto dos sistemas de fabricación de composites de bajo precio, que permitiera no solamente abordar su introducción industrial, sino también la fabricación de otro tipo de composites de interés para la industria (automoción principalmente), también se mostrarán resultados experimentales sobre nuevas tecnologías de producción de aluminios no reforzados, como es el squeeze



casting y el rheocasting, que pueden tener igual o mayor interés que los resultados obtenidos en las piezas fabricadas de CMM y, con toda seguridad, mas cercanamente aplicables en la realidad industrial.

La primera parte de este presente capítulo tratará en detalle la sistemática seguida en la fabricación de los composites, así como variables que se estudiaron, resultados que obligaron a variar las condiciones del proceso, etc. Por último, se describirá la caracterización llevada a cabo en las muestras fabricadas, desde la preparación de muestras hasta las condiciones de ensayo. Los resultados obtenidos, así como su interpretación y discusión se abordará en el siguiente capítulo.

### **3.2.- PROCESOS DE FABRICACIÓN**

Se han fabricado composites de matriz aluminio con fibra corta de carbono mediante dos tipos de tecnología principales. Mientras que uno es la adición de fibras cortas de carbono al aluminio en estado líquido ó semi-sólido mientras éste es agitado, el otro es la infiltración de preformas porosas de fibra corta de carbono con aluminio líquido mediante aplicación de presión. El segundo es un proceso de fabricación mucho mas rápido, aunque con la contrapartida de la inexcusable preparación de preformas, lo que supone una etapa añadida al proceso. Por otro lado, el porcentaje de refuerzo que se puede conseguir con éste último es superior al de mezcla en estado líquido, alcanzándose valores típicos de refuerzo del 25% en volumen y superiores, mientras que el proceso de mezcla se dificulta en gran medida cuando se superan porcentajes superiores al 10%v, en especial con fibra corta, ya que existen en la actualidad fabricantes de CMM que, por ésta misma técnica, consiguen hasta un 20%v de partículas en el seno de la matriz.

#### **3.2.1.- Mezcla en estado líquido/semi-sólido**

Antes de pasar a la descripción del procedimiento operativo para la fabricación de CMM mediante ésta técnica, se hará una breve descripción cronológica de las actividades desarrolladas en la presente investigación en relación con ésta técnica de fabricación, haciendo una explicación de los cambios introducidos a lo largo de la misma,

principalmente en relación con la longitud de la fibra, y la razón por la cual se optó por unas u otras soluciones.

En líneas generales se puede decir que el desarrollo de ésta técnica pasó por dos etapas bien diferenciadas a lo largo de la investigación. En la primera de ellas se trabajó con fibras de 6 mm según se recibían del suministrador, mientras que en la segunda etapa se optó por trabajar con el mismo tipo de fibras pero con menor longitud (inferior a 0.5 mm), como consecuencia de los resultados obtenidos en la primera fase, y que se describirán en el siguiente capítulo.

En la primera fase, como resultado de unas experiencias previas de fabricación del composite, se comprobó la gran dificultad que existía en la adición de fibra corta al aluminio en estado semi-sólido, por lo que los estudios se centraron en la obtención de composites mediante la técnica de adición al estado líquido. La caracterización de los materiales obtenidos no solamente se limitó a ensayos de tracción a temperatura ambiente, sino también metalografía para el estudio metalúrgico de los materiales obtenidos, homogeneidad del refuerzo en las piezas obtenidas, reactividad fibra-matriz y rotura del refuerzo durante el proceso (de manera cualitativa). Un importante estudio que se abordó en esta fase fue la estimación cuantitativa de la rotura del refuerzo durante el proceso de fabricación, cuyos resultados obtenidos, junto con el resto de la caracterización llevada a cabo y las dificultades encontradas en el proceso de fabricación debido a la longitud de la fibra utilizada, marcó la vía a seguir en la investigación posterior, es decir, la utilización de fibra sensiblemente mas corta. Los parámetros de proceso que se utilizaron, junto con la descripción del procedimiento operativo se presentarán mas adelante.

La segunda etapa se llevó a cabo con fibra de longitud inferior a la fibra recibida del suministrador. En este caso, con los resultados obtenidos en la anterior etapa, se modificaron los parámetros previamente considerados (también debido a la inferior longitud de la fibra) y se fabricaron piezas de CMM tanto por mezcla en estado líquido como semi-sólido, como consecuencia de la mayor facilidad de introducir esta longitud de fibra a la matriz en estado pastoso. La caracterización en este caso fue similar a la anterior. La mayor parte de las piezas fabricadas se hicieron con fibra de carbono no recubierta, no

obstante, como parte final, se hicieron piezas con fibra recubierta de cobre con el fin de estudiar y comparar los resultados.

#### **3.2.1.1.- Descripción del procedimiento operativo**

El procedimiento operativo seguido para la elaboración de composites por adición del refuerzo a la matriz líquida y semi-sólida se llevaron a cabo de la misma manera, con la única diferencia de la temperatura a la cual se añadió el refuerzo. El procedimiento consiste en la siguiente secuencia de etapas:

- a) *Definición de los parámetros a seguir para cada pieza.* Este proceso tiene un gran número de variables que pueden influir de manera importante en la calidad del material finalmente obtenido. Entre ellas podemos mencionar: tipo de crisol, diseño de agitador, altura del agitador dentro del fundido, temperatura de precalentamiento del refuerzo, tiempo de adición del refuerzo, temperatura del metal cuando se añade el refuerzo, temperatura a la cual empieza a agitarse el aluminio, velocidad de agitación, tiempo de agitación después de la adición, velocidad de enfriamiento desde temperatura en estado líquido a semi-sólido, velocidad de calentamiento desde temperatura de agitación a colada, atmósfera en contacto con el fundido, inclinación del crisol, temperatura de utillaje para el conformado, tiempo de presión ejercida (en el proceso de conformado bajo presión, utilizado en la presente investigación), tiempo de aplicación de la refrigeración desde la colada, tiempo tardado en realizar la colada desde la parada de agitación, etc.

Conseguir evaluar todas estas variables de proceso constituiría un trabajo ingente, por lo que se decidió fijar la mayor parte de ellas, estudiando aquellas consideradas como más importantes en el proceso. De esta manera, basados en la extensa información bibliográfica ya presentada en previos capítulos (sobre todo el estudio de J. Cruz) y en algunas experiencias de fabricación preliminares realizadas, se eligieron cinco variables como las más importantes a estudiar, tales como temperatura del metal durante la adición del refuerzo (T), tiempo de agitación (t), altura del agitador dentro del aluminio

líquido (h), velocidad de agitación (V) y adición de fibras precalentadas o no ( $Pr = 573$  K).

- b) *Determinación de las cantidades de matriz y refuerzo a añadir.* En cada caso se calcularon las cantidades correspondientes de ambos componentes siguiendo la sencilla regla de las mezclas. Para todas las piezas fabricadas se utilizaron alrededor de 900 gramos de la aleación de aluminio AS7G06, con el porcentaje correspondiente de refuerzo correspondiente (mas adelante se definirá).
- c) *Preparación del material de refuerzo.* Previo a la fabricación del composite, la fibra de carbono es preparada para su adición al metal. Como se ha mencionado previamente en el capítulo 2, todas las fibras utilizadas en la presente investigación fueron sometidas a un tratamiento térmico previo a su adición a la matriz con dos fines fundamentales: primero la eliminación del ensimaje de poliamida proveniente de fábrica y segundo conseguir una ligera oxidación superficial de la fibra que mejore el anclaje físico del aluminio. Para ello, la fibra es introducida en una mufla a 973 K durante 10 minutos, suficiente como para que la oxidación de la fibra no sea importante. En el caso de que se utilicen fibras revestidas de cobre, la fibra ha sido sometida al proceso anteriormente descrito en el capítulo 2.
- d) *Preparación del utillaje a utilizar.* Todos los utensilios para fundición y manejo de la aleación deben estar previamente protegidos, especialmente aquellos que estarán en contacto con el aluminio fundido. De esta manera, el crisol es pintado, para evitar cualquier posible reacción entre éste y el fundido, con pintura de zircona. De igual manera, se pintaron cucharas, espátulas y utensilios que fueran a entrar en contacto con el aluminio, incluido el agitador. El termopar no necesitó protección especial puesto que estaba provisto de una funda de alúmina protectora. No obstante, se tuvo que tener especial cuidado tanto con la elección del termopar, puesto que la inducción le puede afectar, calentándose de manera diferente al aluminio y desvirtuando la medición, como con el manejo de tal tipo de termopar, puesto que es extremadamente frágil al choque térmico. La preparación del molde metálico para el conformado del material fabricado por presión, se abordará en el siguiente punto 3.2.2.

- e) *Fusión del metal.* Previo a la introducción del metal en el crisol (situado dentro de la espira de inducción) se coloca el agitador y se mide la altura a la cual se va a introducir en el aluminio líquido. Seguidamente, se introduce el metal en el crisol, hecho de SiC aglomerado con grafito, y se funde rápidamente hasta una temperatura cercana a 973 K. Todo el proceso de fusión y adición del refuerzo se lleva a cabo en una atmósfera protectora de argón, estando el crisol protegido con una tapa metálica, como se explicó en el capítulo 2. Una vez el metal se funde, se retira la capa de escoria y alúmina que se forma en la superficie del aluminio. El metal no se verá sometido a los tratamientos típicos de fundición ya que, como se explicó anteriormente, el aluminio tiene concentración de Ti suficiente para conseguir un tamaño de grano afinado. El modificador del silicio eutéctico (Sr o Na) no se añadió por dos razones principales: en primer lugar porque el tiempo necesario para la adición llevaría a la pérdida del modificado y, en segundo lugar porque el tratamiento térmico T6, a realizar posteriormente, globuliza el silicio eutéctico, evitando la formación de las típicas agujas de silicio eutéctico.
- f) *Enfriamiento a temperatura de adición del refuerzo.* Una vez que se tiene el metal fundido y se ha eliminado la capa de alúmina superior, se disminuye la temperatura del caldo hasta la temperatura de adición del refuerzo con una simple regulación de la potencia del horno. Se introduce el agitador en el metal líquido y se mantiene sin girar hasta que se llegue a la temperatura deseada. La velocidad de bajada de temperatura viene a ser alrededor de 7-10 K/minuto, lo que significa que en aproximadamente 6-10 minutos, el material está dispuesto para la adición del carbono. Durante la bajada de temperatura se conectan las entradas de argón a través de los agujeros de la tapa, así como la entrada del refuerzo y termopar, sujetándolos a la estructura mediante brazos metálicos articulados. El tubo de adición de fibra se acerca lo máximo posible a la zona de formación del vórtice, evitando que toque el aluminio, para que el acero del tubo no reaccione y se disuelva en el caldo o lo contamine.
- g) *Agitación y adición del refuerzo.* Una vez alcanzada la temperatura deseada, se hace girar el agitador a la velocidad previamente seleccionada, siendo ésta controlada por un tacómetro digital y un variador de velocidad. La fibra se introduce en el sistema de

adición (ver capítulo 2) y se va añadiendo poco a poco con la ayuda de una corriente a presión de argón. Durante esta etapa, se ha de vigilar estrechamente las posibles variaciones de temperatura, aplicando mayor o menor potencia al horno para conseguir una regulación dentro de un intervalo de  $\pm 5$  K. La adición del refuerzo se hace en varias etapas. Una vez terminada la adición, la agitación se mantiene durante un corto espacio de tiempo para conseguir una mayor homogeneidad en la distribución de la fibra por todo el volumen de la pieza.

- h) *Colada de la mezcla.* Una vez acabada la agitación se debe proceder a la colada, siendo ésta realizada a la misma temperatura de adición ó a una temperatura superior. En el segundo caso, la mezcla se calienta hasta la temperatura adecuada a la mayor velocidad posible (para evitar una reactividad elevada). Antes de proceder a la colada, se han de desmontar los sistemas de protección de la atmósfera, el termopar y el tubo de adición de fibra. En el momento de hacer la colada se para la agitación, se extrae rápidamente el agitador del interior de la mezcla y se cuela en el molde preparado para tal efecto. Es importante minimizar al máximo el tiempo realizado en hacer la última operación, ya que si éste es demasiado grande, puede ocurrir la flotación del refuerzo a la parte superior de la pieza obtenida o, en el caso de colar en estado semi-sólido, un enfriamiento excesivo de la mezcla que impide físicamente verter el contenido del crisol a ningún sitio.
- i) *Aplicación de presión.* El proceso de conformado bajo presión se realiza aplicando una carga entre 90 y 130 toneladas (correspondiente a 115-165 MPa). La carga se aplica durante 2 minutos, conectándose el sistema de refrigeración en las dos piezas del molde una vez transcurrido 1 minuto del comienzo de aplicación de la carga. Una vez acabado el proceso, se espera al enfriamiento de la pieza y se extrae gracias al especial diseño del pistón que aplica la presión.
- j) *Tratamientos térmicos.* Las piezas obtenidas fueron tratadas térmicamente de igual manera que la aleación no reforzada. El tratamiento térmico está descrito en el punto 2.3.2.2 del capítulo 2.

### 3.2.1.2.- Variables del proceso.

Como se ha explicado anteriormente, el trabajo realizado en la optimización de este proceso lo podemos dividir en dos etapas, dependiendo de la longitud de la fibra añadida (6 mm y <0.5 mm). Los parámetros y dispositivo de adición de fibras varía entre uno y otro, por lo que se va a hacer una distinción entre ambas partes:

#### 1. Adición de fibras de 6 mm

Al comienzo de la investigación se hicieron unas experiencias preliminares con el fin de conocer el rango de parámetros que se necesitaban para conseguir la mezcla del refuerzo dentro de la matriz. La primera observación que se pudo realizar fue la extrema dificultad en la adición de un refuerzo con tal longitud, mas en el caso de trabajar a escala de laboratorio. El enmarañamiento físico de las fibras es algo poco menos que imposible de evitar, siendo un especial problema la formación de tapones en los conductos del sistema de adición que obligan a parar el proceso en ocasiones, con el consiguiente alargamiento del mismo. No obstante, después de probar varios sistemas para añadir la fibra de forma adecuada, los cuales resultaron ser insatisfactorios, se consiguió diseñar el sistema descrito en el capítulo 2, formado por un tubo en forma de U que permitía el precalentamiento del refuerzo previo a su adición, y consistía en el arrastre del refuerzo por una corriente de gas inerte hasta el vórtice. Las fibras deben añadirse al líquido de la manera mas suelta posible (sin marañas), ya que la agitación en el fundido no es capaz de separar las fibras de manera efectiva.

Como resultado de estos primeros experimentos, también se observó que la adición del refuerzo en cantidades superiores a 10%v era poco menos que imposible, incluso a velocidades de agitación muy grandes (superiores a 1200 r.p.m.), por lo que se fijó en un 10%v la cantidad de refuerzo a añadir en todas las piezas. Por otra parte, también se intentó insatisfactoriamente la adición del refuerzo a la matriz en estado semi-sólido, ya que incluso con adiciones similares al 2%v, la viscosidad de la mezcla era tal que fue imposible seguir añadiendo mas refuerzo, a la vez que se hacía imposible la colada de la mezcla en el molde. Por lo tanto se decidió trabajar en el estado líquido.

La adición de fibra de la longitud utilizada incrementa en gran medida la viscosidad del aluminio, por lo que la adición de mayor cantidad de fibra se hace cada vez más difícil durante el proceso, lo que obliga a trabajar con velocidades de agitación superiores a las deseables. Por otra parte, la colada de la mezcla por gravedad daba lugar a la aparición de grandes porosidades y defectos que no podían evitarse de ninguna manera, lo que obligó a utilizar el moldeo bajo presión que, a la vez que evitaría la formación de defectos de colada, conseguiría una reproducibilidad de las formas del molde muy buena, se obtendría un mayor refinamiento microestructural y eliminaría el problema de la flotación del refuerzo hacia la parte superior de la pieza.

Una vez identificados los parámetros más importantes del proceso y los rangos en los que podía fabricarse el composite, se definieron los parámetros de estudio:

- i. Temperatura de la aleación (T).- Ya que no se pudo considerar trabajar en el intervalo semi-sólido, se decidió variar la temperatura de la aleación entre 903 y 943 K. El primer nivel fue elegido porque está tan solo 2 K por encima de la temperatura liquidus, lo cual significaría una menor reactividad con la matriz, mientras que el segundo fue elegido solamente 40 K por encima de ésta con el fin de que la reactividad matriz-refuerzo no fuera demasiado elevada. La colada se llevaría a cabo a la misma temperatura de adición de la fibra.
- ii. Tiempo de adición y agitación (t).- Dado que la adición del refuerzo es una tarea muy laboriosa (viniendo a tardar 75 minutos aproximadamente), se consideró que un rango aceptable estaría entre 120 y 180 minutos, es decir el tiempo de agitación estaría entre 45 y 105 minutos aproximadamente.
- iii. Velocidad de agitación (V).- Se comprobó que por debajo de 600 r.p.m. no era posible añadir la cantidad de refuerzo considerada, por lo que se consideró este valor como el mínimo a utilizar. Por otra parte, una velocidad de agitación muy elevada llevaría a una mayor introducción de óxidos en el aluminio, a la vez que aumentaría la rotura de la fibra, lo que significa que el valor máximo de velocidad a utilizar en el proceso no debe ser muy elevado. En nuestro caso se eligió una velocidad de giro del agitador de 800 r.p.m.



- iv. Altura del agitador dentro del fundido (**h**).- Este parámetro está principalmente relacionado con el flujo que se puede crear dentro del fundido, dando lugar a una mayor o menor homogeneidad del refuerzo dentro de la pieza. Aunque a priori no se consideró como una variable que tuviera importancia en el proceso realizado a escala de laboratorio, ya que se trabaja con volúmenes de material muy pequeños, se consideró que podría al menos tener influencia en la admisión o rechazo del refuerzo en el fundido agitado, por lo que se decidió su estudio. En este caso los valores fueron 10 y 20 mm de altura desde el fondo del crisol, ya que alturas superiores significaban la agitación con parte de las paletas fuera del fundido, mientras que alturas inferiores a 10 mm podían ser peligrosas por el riesgo de choque con las paredes del crisol, que en la parte inferior se estrechan.
- v. Precalentamiento del refuerzo (**Pr**).- En casi todas las referencias bibliográficas se hace mención a la importancia de precalentar el refuerzo antes de su adición a la matriz. Sin embargo, dicha importancia se refiere mas a un intento de igualar las temperaturas del refuerzo y la matriz para evitar un congelamiento de la matriz alrededor de la fibra en el momento de la adición, que pudiera llevar a su rechazo por la aleación, a la vez que evitar la disminución de temperatura de la aleación que está siendo agitada, mas que por el hecho en sí de que mejore su incorporación a la matriz. En cualquier caso, en la presente investigación se intentará ver la influencia del precalentamiento del refuerzo, haciéndose éste a una temperatura de 573 K.

Como se ha mencionado anteriormente, la cantidad de aluminio utilizado en cada prueba fue aproximadamente de 900 gramos (con ligeras variaciones en cada experiencia), lo que significa que un 10% en volumen de fibra corresponde a 60-65 gr. de fibra a añadir a un volumen de aluminio tan pequeño como  $333,33 \text{ cm}^3$ . Estos números vistos fríamente no dan una idea de la dificultad de este proceso de adición, pero baste con poner un trozo de lingote de aluminio de 900 gramos al lado del enorme volumen de fibras de carbono que suponen 60 gr. como para pensar que intentar introducir el uno en el otro es algo imposible. No obstante, a pesar de que es un proceso laborioso se consiguió introducir todo el refuerzo.

En la Tabla 3.1 se han incluido las condiciones experimentales de las muestras fabricadas en esta primera etapa de la investigación.

Referencia	Temperatura (K)	Tiempo (min)	Velocidad (r.p.m.)	Altura desde el fondo del crisol (mm)	Precalentamiento
REPDE1	903	180	600	20	No
REPDE2	943	180	800	20	Si
REPDE3	943	120	800	10	No
REPDE4	943	180	600	10	Si
REPDE5	903	180	800	10	No
REPDE6	903	120	600	10	Si
REPDE7	943	120	600	20	No
REPDE8	903	120	800	20	Si

**Tabla 3.1.- Condiciones experimentales de las piezas fabricadas**

De cada muestra, además de la correspondiente caracterización, se hizo un estudio cuantitativo de la rotura de fibras durante el proceso de fabricación, ya que estudios anteriores reportaban una disminución de la longitud final de fibra después del proceso de fabricación del 30%<sup>3</sup>, lo que en un principio parecía no corresponderse con lo que se estaba obteniendo en la presente investigación, siempre teniendo en cuenta que la fibra que se utilizaba en la referencia anteriormente citada era de SiC, cuyo comportamiento no tiene porque corresponderse exactamente con los resultados de la presente investigación.

El procedimiento que se siguió para medir la longitud final de fibra en cada una de las muestras fabricadas fue el siguiente:

- Se cogió una muestra de cada composite fabricado justo antes de la colada, ya que se consideró que se podría introducir un error muy grande si la muestra se cortara de la pieza fabricada, lo que significaría la rotura de gran cantidad de fibras.
- Se disuelve el aluminio en una disolución de sosa concentrada (5 molar) a una temperatura de 373-393 K aproximadamente.
- Las fibras en suspensión se filtran y lavan para eliminar los productos de reacción.
- Una pequeña parte de las fibras obtenidas se pone en suspensión con agua en una placa de cristal, introduciéndose en una estufa hasta que todo el volumen de agua se ha evaporado y las fibras quedan sobre la placa.

- e) Se sacan fotografías a bajos aumentos y se hace una medición de la longitud de un número de fibras cercano a 1000 para cada muestra.

Los resultados tanto de éste estudio como del resto de la caracterización de los materiales fabricados serán expuestos y discutidos en el capítulo número 3.

## 2. **Adición de fibras de longitud inferior a 0.5 mm**

Con los resultados de la anterior etapa, se decidió la utilización de fibras de longitud sensiblemente inferior a la utilizada hasta el momento. Para ello, las fibras fueron introducidas en un molino, reduciéndose su longitud por debajo de 500  $\mu\text{m}$ , aunque con una dispersión grande de tamaños. La mayor fracción de longitudes medidas corresponde a 350  $\mu\text{m}$ .

En este caso se abordó también la fabricación de los composites por mezcla en estado semi-sólido, así como el proceso de compocasting, es decir mezcla en semi-sólido y colada en estado líquido.

Para esta serie de experiencias se redujo la velocidad de agitación, variándose entre 400 y 650 r.p.m. manteniéndose el tiempo total del proceso (mezcla + agitación) en 33 minutos. Como se puede ver, los parámetros del proceso son muchos menos extremos, ya que se pretendía reducir la gran presencia de óxidos obtenidos en la anterior etapa. Así, se intentó minimizar en la medida de lo posible el fenómeno de atrape de óxidos por el metal agitado, así como la reactividad entre fibra y matriz disminuyendo la temperatura en la medida de lo posible, reduciendo el tiempo de contacto y la velocidad de agitación.

Todas las piezas se fabricaron con la misma altura del agitador dentro del fundido y con la fibra sin precalentamiento, ya que se observó que ambos parámetros no tenían una gran influencia en el proceso (como se verá en el siguiente capítulo). Además, todas las piezas se fabricaron con un 5%v de refuerzo.

Finalmente se hicieron piezas con fibras recubiertas con cobre, con el fin de establecer comparaciones con la fibra sin recubrir, así como piezas de aluminio sin reforzar procesados en condiciones similares a los composites. Varias pruebas preliminares realizadas en la presente investigación, demostraron la mejor repartición y compatibilidad de la fibra con recubrimiento de cobre y el aluminio que aquellas fibras con revestimiento de níquel. Por otra parte, aunque los dos compuestos intermetálicos que forman Cu y Ni con aluminio ( $\text{CuAl}_2$  y  $\text{Ni}_3\text{Al}$ ) son altamente frágiles y no deseables en la zona de la intercara, la disolución del primero de ellos a través de tratamiento térmicos es mucho mas factible, puesto que el Cu es soluble en fase sólida con el aluminio hasta un 3%at aproximadamente, mientras que el níquel no lo es, por lo que el intermetálico de níquel no se puede disolver. Todo ello, unido a la gran cantidad de fibras que es necesario revestir para cada prueba, lo que hubiera obligado a fabricar y poner a punto una instalación especial para recubrimiento de carbono con níquel que tuviera sistemas de calentamiento con resistencias, agitación de baños, campanas extractoras, etc., nos hizo desechar la posibilidad de explorar esta vía en la presente investigación (por razones de tiempo y presupuesto). No obstante, en un futuro próximo, también sería interesante hacer un estudio mas detallado de la compatibilidad níquel/aluminio en la fabricación de CMM.

Todas las piezas fueron coladas en las mismas condiciones y tratadas mediante un tratamiento térmico T6. En la Tabla 3.2 se han incluido todas las piezas de composite y aluminio fabricadas en esta etapa de la investigación.

Referencia	Tª de mezcla (K)	Tiempo (min)	Veloc. Agitac. (r.p.m.)	Refuerzo	Tª de colada (K)
TFC12	913	33	400	Fibra no revestida	973
TFC13	913	33	400	Sin refuerzo	973
TFC14	973	33	400	Sin refuerzo	873
TFC15	973	33	400	Fibra no revestida	973
TFC16	913	33	400	Fibra no revestida	973
TFC17	913	33	650	Fibra no revestida	973
TFC18	973	33	650	Fibra no revestida	873
TFC19	973	33	650	Recubrimiento de Cobre	873
SC16	913	33	400	Recubrimiento de Cobre	973
SC17	913	33	400	Fibra no revestida	973

**Tabla 3.2.-** Condiciones experimentales de los composites procesados con refuerzo de fibra de longitud inferior a 0.5 mm.

### **3.2.2.- Fabricación mediante infiltración por presión**

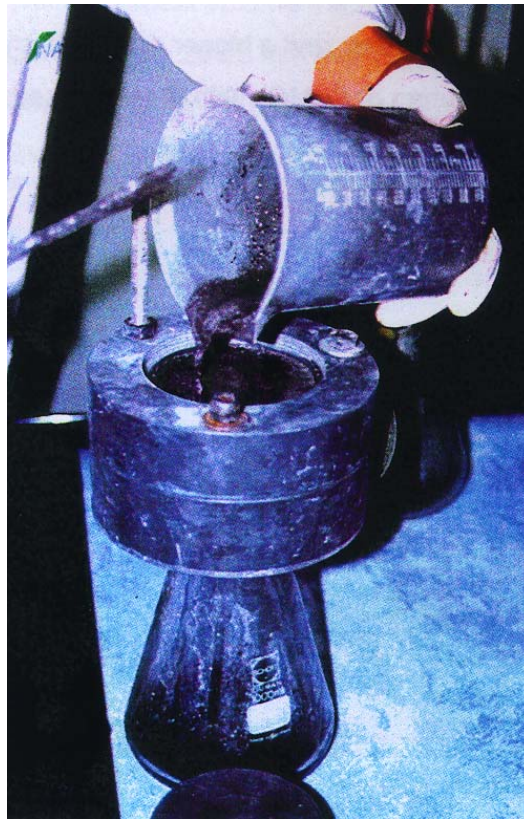
El proceso de fabricación de CMM por infiltración de preformas porosas puede dividirse claramente en dos principales etapas, siendo la primera la fabricación de las preformas y la segunda su infiltración por el metal en estado líquido.

#### **3.2.2.1.- Fabricación de preformas**

Todos los composites fabricados y caracterizados tienen un refuerzo con una longitud inferior a 0.5 mm, aunque la segunda prueba (referencia SC2) se realizó con fibra de una longitud de 6 mm. Todas las preformas se fabricaron con el dispositivo mostrado en el capítulo 2, utilizando 35 gr. de fibra de carbono no recubierta para cada preforma (alrededor de 70 gr. en el caso de fibra con cobre). Se obtuvieron preformas de diámetro 95 mm y grosor entre 15 y 19 mm, dependiendo de la presión ejercida sobre la preforma previo a su secado y endurecimiento. Se han fabricado preformas tanto con fibra de carbono desnuda de alto módulo como con recubrimiento de cobre, utilizándose dos tipos de ligantes endurecedores, silicato sódico y sílice coloidal, para ver la influencia en la rigidez final de la preforma y en los composites fabricados. Asimismo, se intentó minimizar al máximo la cantidad de ligante utilizado, puesto que una excesiva cantidad del mismo puede influir negativamente en las propiedades del material fabricado. Finalmente, para establecer una comparación, se hicieron varias piezas reforzadas con fibra de alta resistencia con características señaladas en el capítulo 2. Con estas pruebas también se pretendía ver la influencia que el proceso de corte de fibra en el molino podía afectar a las propiedades de los materiales obtenidos, ya que esta fibra es suministrada con una longitud de 1mm y no hace falta reducir su longitud para la fabricación de preformas.

La fabricación de preformas sigue el siguiente procedimiento operativo:

1. Se mezcla la fibra de carbono con el ligante (*silicato sódico ó sílice coloidal*) y agua destilada en proporciones suficientes como para obtener una disolución no excesivamente viscosa que pueda ser vertida fácilmente en el molde (fabricado en



**Figura 3.1.-** Fabricación de preformas de fibra corta de carbono. Etapa de moldeo.

PVC). La mezcla se hace por agitación vigorosa con un agitador de paletas durante 5 minutos.

2. La mezcla, que idealmente no debe presentar acumulaciones de fibra, se vierte sobre el dispositivo de fabricación de preformas, conectado a una bomba de succión. A la misma vez, se le aplica presión manualmente para conseguir una mas efectiva extracción del ligante y agua en exceso retenida en el interior de la preforma. La figura 3.1 muestra como se vierte la mezcla en el molde, conectado al sistema de succión a través de un quitasatos, para fabricar la preforma.
3. La preforma así fabricada se comprime para conseguir una mejor extracción del agua del interior, además de para conseguir un aumento del porcentaje de refuerzo en la preforma. Así, se ejerció presión con una prensa hidráulica Tinius-Olsen con una carga que varió entre 500 y 700 Kg. Finalmente se obtiene una preforma cilíndrica con dimensiones finales, la cual debe endurecerse posteriormente.
4. Las preformas fabricadas deben secarse totalmente y endurecerse, para lo cual se introducen a 333 K durante 12-14 horas en una estufa. Una vez transcurrido este

tiempo la preforma alcanza una rigidez suficiente como para ser infiltrada por el aluminio sin sufrir deformación.

5. En el caso de la fabricación de preformas con fibras recubiertas de cobre se extremó la precaución durante el secado, puesto que podría suponer la completa oxidación de la capa de cobre. Para ello, las preformas a secar se introdujeron en una bolsa de vacío fabricada a tal efecto, de manera similar a un típico proceso de curado de composites de matriz orgánica en autoclave. Así, sobre una base metálica (una bandeja) se pusieron las preformas, siendo rodeadas por una bolsa de plástico adherido a la base por una masilla. Las preformas, antes de ser completamente aisladas del oxígeno de la atmósfera, se rodean con una manta porosa para conseguir una mejor extracción de la humedad en aquellos lugares de la preforma que, por estar en contacto con la placa metálica, tendrían una mayor dificultad para su secado y, por tanto, se oxidarían (como efectivamente ocurrió en alguna experiencia). Las preformas son finalmente aisladas del oxígeno, quedando la bolsa de vacío completamente cerrada con excepción de una boquilla para ejercer la succión con una bomba de vacío. Finalmente, la bandeja con la bolsa de vacío y las preformas en su interior, se introduce en la estufa a 333 K durante el mismo período de tiempo que las preformas con fibra no recubierta, ejerciéndose un vacío medio a través de la boquilla durante todo este período de tiempo. De esta manera se consigue un secado perfecto, sin aparición de óxidos en el exterior o en el interior de la preforma.

#### **3.2.2.2.- Infiltración de preformas**

Una vez que se han fabricado las preformas se infiltran con aluminio líquido para formar el composite. El utillaje utilizado se mostró en el capítulo 2. Tanto molde como pistón se colocan en los platos inferior y superior respectivamente de una prensa hidráulica, la cual será la que ejerza la presión sobre el metal. El procedimiento operativo de la infiltración de preformas se lleva a cabo tal y como se presenta en la Figura 3.2. Cada uno de los pasos se explica a continuación:

1. El utillaje se coloca en la prensa hidráulica. En este primer paso es importante estar seguro de la perfecta alineación entre molde y pistón, ya que de otro modo podrían producirse proyecciones de metal fundido fuera del molde al aplicar presión, además de desperfectos en el utillaje. Una vez perfectamente montados y sujetos a los platos de la prensa, molde y pistón se limpian perfectamente y calientan a 623 y 603 K respectivamente, temperaturas a las cuales el utillaje fue diseñado para su utilización. Finalmente y como paso previo a la infiltración, al utillaje se le aplica una pintura de grafito coloidal mediante un spray, con el fin de evitar que la pieza pueda quedar adherida al molde, a la vez que mejorar el deslizamiento entre molde y pistón para evitar rozaduras entre ambos.
2. El aluminio se funde hasta la temperatura de colada bajo atmósfera protectora de argón. Antes de la colada, se retira la capa de óxidos que se forma en la superficie y se espera a que la preforma haya sido colocada en el molde. Antes de verter se apaga el horno como medida de seguridad. En el caso de que el proceso se haga para moldeo de composites fabricados por mezcla en estado líquido o semi-sólido, la mezcla se cuela directamente sobre el molde y se aplica presión de la misma manera que se explica a continuación para la infiltración de preformas.
3. La preforma se introduce en una mufla a 973 K con atmósfera inerte (argón) durante 10 minutos. Transcurrido este tiempo, se extrae la preforma y rápidamente se coloca en el molde. Es importante que no transcurra mucho tiempo desde que se coloca la preforma a 973 K en el molde y se realiza la colada, puesto que la velocidad de enfriamiento de la preforma es muy alta, lo que podría incidir negativamente en su completa infiltración.
4. Rápidamente se vierte el aluminio sobre la preforma a la temperatura deseada. Se hicieron piezas a temperaturas de colada de 943, 973 y 1003 K.
5. Se acciona el plato superior de la prensa hidráulica, haciendo bajar el pistón, introducirse en el molde y presionar el metal líquido, el cual se introduce a través de los poros de la preforma y la infiltra completamente. Se hicieron composites con presiones de 64, 110 y 165 MPa (cargas de 50, 90 y 130 Tn). La carga se ejerce durante dos minutos, aunque la infiltración efectiva de la preforma se realiza casi inmediatamente, favoreciendo la disipación de calor y acelerando el proceso de





**Figura 3.2.-** *Proceso de fabricación de composites por infiltración a alta presión de preformas porosas con aluminio líquido (squeeze casting).*

solidificación, lo cual incide positivamente en el refinamiento de la microestructura de los materiales procesados.

6. Al minuto de aplicar la presión se conecta el sistema de refrigeración, el cual acelera el proceso de solidificación de manera significativa. Finalmente se extrae el pistón del molde, el cual arrastra la pieza del interior gracias a la cola de milano mecanizada en su base. La pieza es introducida en agua y mecanizada para su caracterización.

Todas las piezas obtenidas fueron utilizadas para la caracterización de la zona de composite, es decir zona de la preforma infiltrada, mientras que, como comparación, se caracterizaron algunas muestras de aluminio sin reforzar de la zona superior a la preforma.

Las condiciones experimentales utilizadas en cada prueba se han incluido en la Tabla 3.3.

Referencia	Fibra	Ligante Preforma	Tª Infiltración ( K)	Carga ejercida (x 10 <sup>3</sup> Kg)
SC1	Alto Módulo (< 0.5mm)	NaSiO <sub>3</sub>	973	90
SC2	Alto Módulo (6 mm)	“	973	90
SC3	Alto Módulo (< 0.5mm)	“	973	90
SC6	“	“	973	130
SC7	“	“	973	90
SC11	“	“	943	90
SC12	“	“	943	130
SC18	“	“	943	130
SC20	“	“	943	130
K0	“	“	943	130
K1	“	“	973	90
K2	“	“	1003	50
K3	“	“	973	50
K4	“	SiO <sub>2</sub>	973	90
K5	“	SiO <sub>2</sub>	973	50
K6	Alta Resistencia	NaSiO <sub>3</sub>	943	130
K7	Alta Resistencia	SiO <sub>2</sub>	943	130
K8	Alta Resistencia	SiO <sub>2</sub>	943	130
K10	Alto Módulo + Cobre	SiO <sub>2</sub>	943	130
K11	Alto Módulo + Cobre	NaSiO <sub>3</sub>	973	50
K12	Alto Módulo	NaSiO <sub>3</sub>	1003	50
K13	Alto Módulo	SiO <sub>2</sub>	943	130
K14	“	“	943	130

**Tabla 3.3.-** Condiciones de fabricación de las muestras fabricadas por infiltración con presión de preformas porosas.

### **3.3.- CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL Y MECÁNICA**

#### **3.3.1.- Observaciones microestructurales y fractográficas**

Todos los estudios realizados sobre la microestructura de los materiales obtenidos, tanto composites como aleación sin reforzar, se realizaron con la ayuda de probetas metalográficas sacadas de diferentes partes de cada muestra fabricada. Las probetas para estos estudios se embutieron en resina epoxi, se desbastaron y pulieron hasta una rugosidad final máxima de 0.25  $\mu\text{m}$ , haciéndose el pulido final con pasta de diamante. Todo el proceso se realizó en una pulidora automática Struers Abramin. Ninguna muestra se atacó con reactivos químicos ya que la microestructura se revela simplemente en el pulido. La observación de todas las probetas se realizó en diferentes bancos metalográficos, tomándose las micrografías en un banco Reichert Jung MEF3, tratadas a través de software de tratamiento de imagen.

Análisis de las fases formadas así como estudios de reactividad, formación de capas de revestimiento, etc, fueron realizados en una microsonda electrónica de barrido JEOL JXA-8600 Superprobe. Estudios de reactividad en la intercara y formación de fases fueron completados en un microscopio electrónico de transmisión.

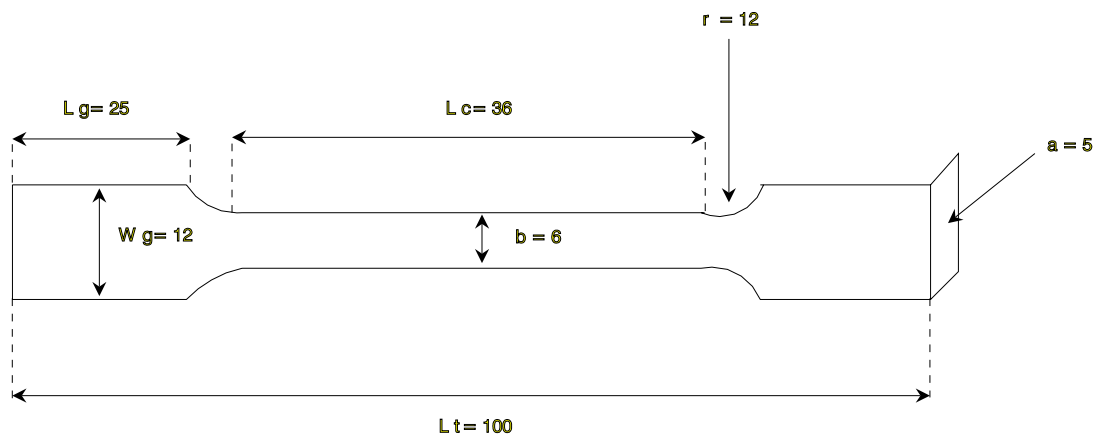
Las medidas de contenido de refuerzo de los composites se realizaron en un analizador de imágenes Quantimet 520 sobre probetas metalográficas.

Estudios fractográficos fueron realizados sobre la superficie de fractura de muestras ensayadas en tracción tanto en lupas esferográficas de bajos aumentos como en microscopio electrónico de barrido. Todas las imágenes se tomaron en éste último. Los estudios de fractura se completaron con probetas metalográficas obtenidas en cortes transversales de superficies de fractura y estudiadas en banco metalográfico.

Asimismo, el estudio de las superficies de desgaste se llevó a cabo en muestras metalográficas preparadas en corte transversal de las huellas de desgaste.

### 3.3.2.- Ensayos de tracción a temperatura ambiente y alta temperatura

La resistencia a tracción, límite elástico, deformación a rotura y módulo de Young fueron evaluados a través de ensayos de tracción uniaxial. Todos los ensayos se realizaron sobre probetas planas según prenorma incluida en el informe NPL Report DMM(A)100 para ensayos de tracción de composites de matriz metálica reforzados con partículas. La forma



**Figura 3.3.- Geometría y dimensiones de las probetas ensayadas a tracción.**

y dimensiones de las probetas están incluidas en la Figura 3.3.

Todos los ensayos se realizaron en una máquina de ensayos INSTRON 6025 con célula de carga 100 KN. Las muestras fueron colocadas entre mordazas con la ayuda de un alineador para asegurar la perfecta alineación entre el eje de carga y la probeta. Se colocó un extensómetro en la zona de ensayo para medir deformaciones. El extensómetro, marca Instron 2620-602, acorde con la norma ASTM E83 (clase B1), midió la deformación en una longitud de 25 mm en zona de ensayo. Todos los ensayos se realizaron con control por desplazamiento de cruceta a una velocidad de 1 mm/min, obteniéndose valores de límite elástico al 0.1 y 0.2%, resistencia a pico y máxima deformación.

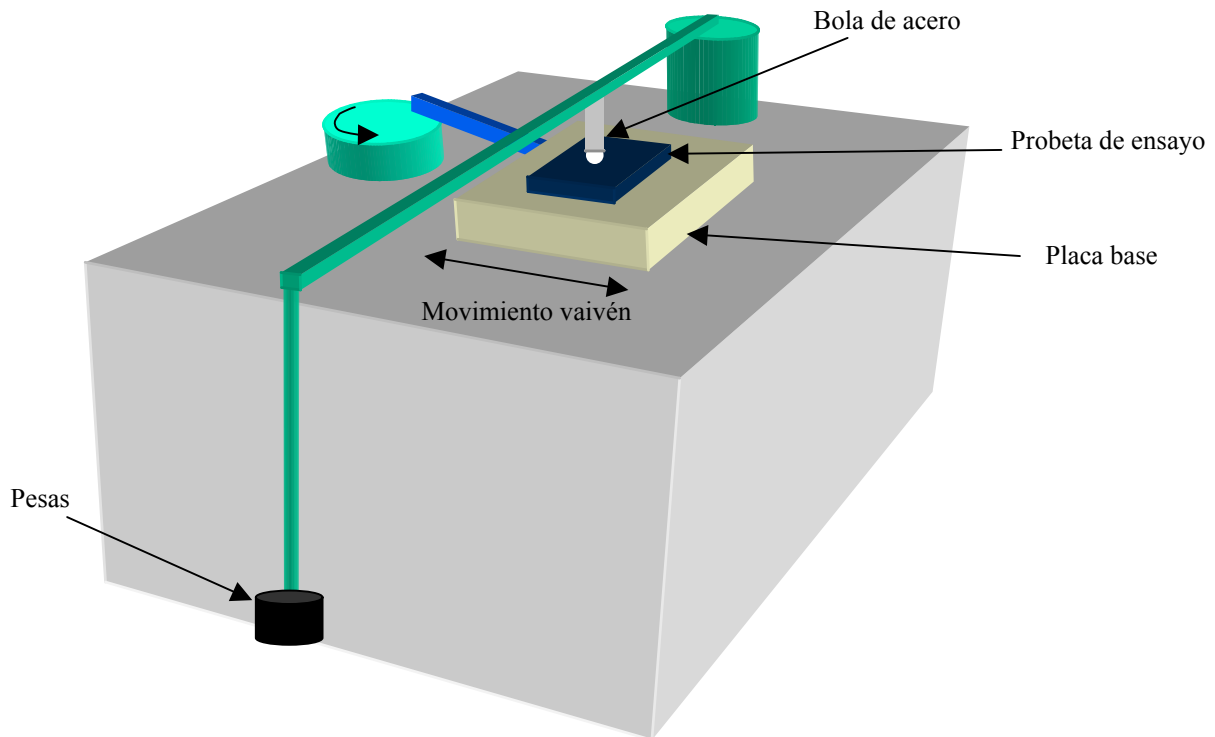
En ensayos realizados a alta temperatura (473 K) se dispuso un horno eléctrico, con entradas superior e inferior para las mordazas, en la máquina de ensayos. Antes del ensayo, las probetas se mantuvieron colocadas en las mordazas a la temperatura de ensayo durante un tiempo de 30 minutos para asegurar que la temperatura de la probeta fuera homogénea

en todo el espesor de la misma, no siendo más larga dicha homogeneización para evitar un efecto indeseable de sobreenviejamiento en las probetas.

### **3.3.3.- Ensayos de desgaste**

Se evaluó el comportamiento del material fabricado a desgaste ya que ésta es una de las características que mayor mejora se espera para este tipo de materiales en comparación con el aluminio no reforzado. Solamente se ensayaron a desgaste aquellos materiales fabricados por infiltración de preformas por presión (con alrededor del 20%v de refuerzo en la zona de la preforma), puesto que los materiales compuestos fabricados por mezcla en estado líquido o semi-sólido solamente tienen un 5%v de refuerzo, lo que no da lugar a una sensible mejora del comportamiento al desgaste en comparación con la aleación sin reforzar.

Los ensayos se realizaron en una máquina de ensayos de desgaste BICERI de acuerdo a la norma ASTM G 99-90, en atmósfera de laboratorio con una humedad relativa de 40-70% y temperatura ambiente entre 288 y 298 K. Los ensayos realizados fueron de movimiento recíproco de bola de acero contra el material de ensayo. La bola o rodamiento es de acero F131 con un diámetro de 10 mm, mientras que la probeta a ensayar se encuentra perfectamente rectificada y con caras base y desgaste plano-paralelas. La superficie de desgaste se desbastó y pulió con diamante de 3  $\mu\text{m}$ . La superficie de ensayo se limpia previamente a su ensayo en un baño de acetona en ultrasonidos para evitar posibles interferencias durante el ensayo.



**Figura 3.4.-** Representación esquemática de la máquina de ensayos de desgaste. El ensayo es de movimiento reciprocado de la probeta sobre bola de acero.

En la Figura 3.4 se representa esquemáticamente la máquina de ensayos, observándose como el movimiento de vaivén se produce a través de un movimiento circular que se transmite a través de un brazo unido a la placa base. Sobre la placa base se sitúa la probeta a ensayar. Sobre la superficie de la probeta se sitúa la bola de acero, la cual está situada en mitad de un brazo metálico, al final del cual caen los pesos. La carga del ensayo se calcula fácilmente mediante la regla de la palanca, conociendo las distancias entre el final del brazo y la posición de la bola. Por tanto, el ensayo se lleva a cabo de manera que la bola permanece inmóvil mientras que la probeta se mueve en movimiento de vaivén.

Los ensayos se realizaron con una carga de 25 N, siendo las huellas realizadas de una longitud de 20 mm. Todos los ensayos se realizaron con la misma velocidad de movimiento y el mismo tiempo (15 minutos), lo cual supuso una longitud total de desgaste en cada ensayo de 180 metros.

Se midió la pérdida de peso en cada ensayo mediante una balanza de precisión. No obstante, debido a que es frecuente el desplazamiento de material hacia los bordes de la

huella de desgaste, la simple medición de la pérdida de peso estaría induciendo error. Se evaluó también el volumen de material desplazado mediante el uso de un profilómetro óptico UBM tipo UBC 14.

Finalmente, también se estudió el fenómeno de desgaste en el material a través de probetas metalográficas obtenidas en cortes transversales de las huellas de desgaste.

### **3.4.- REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

1. J. Goñi, S. Etxeberria, **J. Coletto**, A. Estevas and R. Irigoyen. "*Optimization of AS9U3 recycled/SiCp composites processing for automotive applications*". Proceed. of the ECCM7. London, 14-16 May, 1996. pp. 473-478.
2. J. Cruz Riaño. "*Fabricación de un material compuesto base zamak reforzado con residuos carbonosos de origen petroquímico mediante la técnica de reocolado*". Tesis presentada en la Universidad Politécnica de Madrid. Mayo de 1997, Madrid.
3. F. A. Girot, L. Albingre, J. M. Quenisset and R. Naslain. "*Rheocasting Al matrix composites*". JOM. Nov. 1987. pp. 18-21.

# ***CAPITULO 4***

## **Resultados y Discusión**



## 4.1.- INTRODUCCIÓN

En el presente capítulo se presentarán los resultados de las experiencias realizadas en fabricación de materiales compuestos de matriz de aluminio reforzados con fibra corta de carbono, mediante las dos tecnologías expuestas y descritas ampliamente a lo largo de los capítulos precedentes.

El proceso de fabricación de mezcla en estado líquido por adición de fibra corta de carbono de 6 mm de longitud, dio lugar a la obtención de composites de muy bajas características mecánicas y pobre calidad metalúrgica, por lo que, posteriormente, se optó por la adición de fibras sensiblemente mas cortas. No obstante, los resultados obtenidos durante esta primera etapa de la investigación serán también presentados en detalle. Conclusiones extraídas de dichos resultados nos indicaron que la longitud de fibra a añadir debía ser sensiblemente inferior, lo que a su vez incidiría en la utilización de diferentes parámetros de fabricación y, por ende, en la calidad del material obtenido.

Las características de los materiales fabricados fueron medidas a través de estudios metalográficos (calidad metalúrgica y reactividad en la intercara) y ensayos de tracción, lo que permitió hacer una valoración de la influencia de cada parámetro de fabricación sobre la calidad del material fabricado. Las superficies de las fracturas de las probetas utilizadas en ensayos de tracción fueron analizadas fractográficamente.

De la misma manera se hicieron piezas de materiales compuestos reforzados con el mismo tipo de fibra por infiltración de preformas bajo presión con aluminio fundido, se ensayaron a tracción y se hizo una comparación de los resultados obtenidos para estudiar la influencia de los diferentes parámetros. El tipo de observaciones realizadas en este tipo de material ha sido el mismo que en el anterior método de fabricación.

Los resultados obtenidos fueron comparados con aluminio sin reforzar procesado en las mismas condiciones. Por ser unos procesos de conformado de aluminio no utilizados habitualmente en la industria, se ha hecho también una comparación de estos resultados con datos de propiedades de piezas de aluminio dados a conocer en la literatura

científica, principalmente en manuales para uso de ingenieros. Asimismo se efectúa una comparación con los datos obtenidos en la primera fase de la presente investigación (ver capítulo 2).

De las piezas obtenidas a través de las dos tecnologías se hicieron ensayos de desgaste, así como del aluminio sin reforzar. Se hizo un estudio de la superficie desgastada y de la zona inmediatamente inferior a la huella de desgaste, con el fin de establecer el comportamiento de estos materiales bajo fricción.

Por último, se establecerá una discusión tanto de los resultados obtenidos en cada tecnología como en comparación entre ambos.

## **4.2.- FABRICACIÓN POR MEZCLA EN ESTADO LIQUIDO/SEMI-SÓLIDO**

### **4.2.1.- Adición de Fibra Corta de Longitud 6 mm**

Como bien se ha explicado durante los primeros capítulos del presente trabajo, toda la experimentación comenzó con la adición de fibra de carbono de alto módulo (ex-PAN) de una longitud comercial de 6 mm, por las razones anteriormente expuestas en el capítulo 2.

Primeramente, antes de llevar a cabo un estudio de las variables del proceso, se determinó el rango de condiciones a los cuales era posible hacer la adición de una cantidad de fibra razonable (10%v) a la matriz fundida mientras ésta es agitada mecánicamente. En este primer estadio de la investigación se utilizaron los parámetros que se señalan a continuación:

- Temperatura de adición entre 863 K, correspondiente a un estado semi-sólido, y 1013 K, similar a la temperatura de colada típica de esta aleación en conformado por gravedad. En este caso la colada se realizó a la misma temperatura que la adición del refuerzo, ya que únicamente se trataba de comprobar la cantidad de fibra que se podía

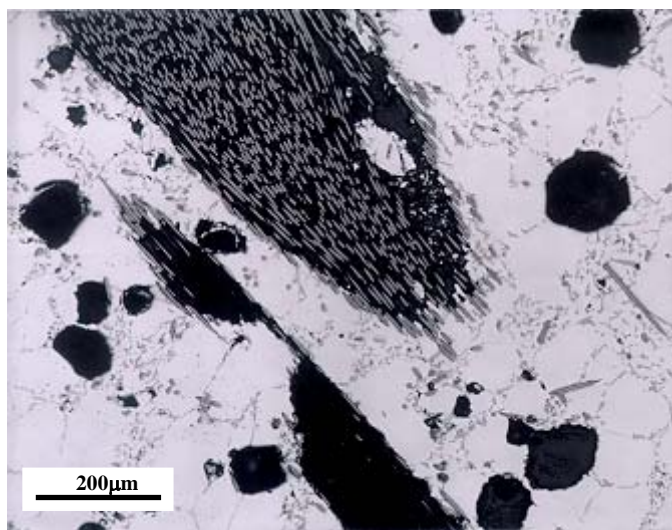
añadir a la matriz con diferentes viscosidades, por lo que se puede decir que se corresponden con los procesos llamados “*rheocasting*” y “*stircasting*” (ver página 26).

- Velocidades de agitación entre 400 y 1000 r.p.m.
- Tiempos de agitación entre 10 minutos y 2 horas.
- Colada por gravedad y utilización de presión (forja líquida).

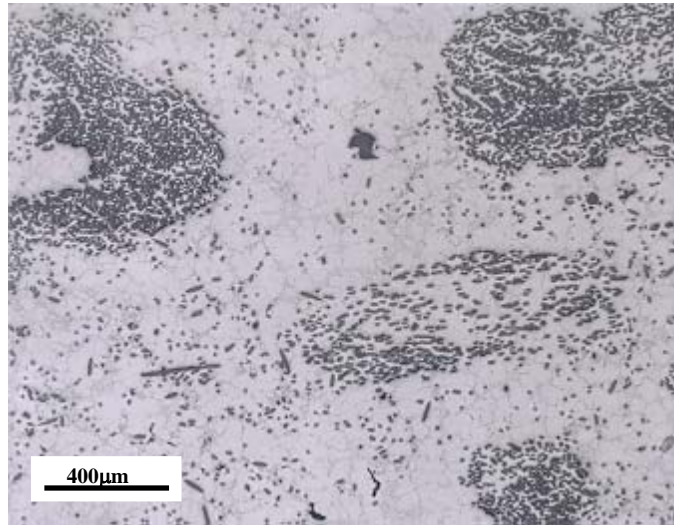
Los resultados obtenidos en las diferentes experiencias realizadas durante este estudio preliminar han permitido establecer unos rangos en los parámetros de fabricación adecuados para, posteriormente, hacer un estudio de la influencia de los mismos en las propiedades del material fabricado.

Los resultados de dichas experiencias pueden resumirse como sigue a continuación:

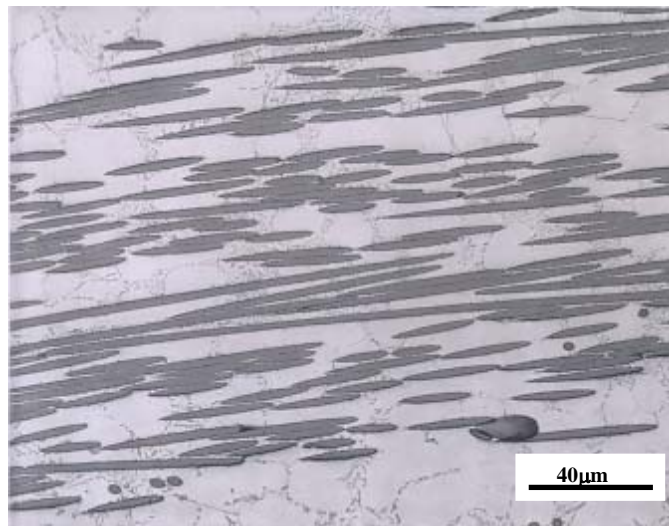
1. Es estrictamente necesario hacer la colada con la utilización de presión cuando se utiliza una fibra de la longitud señalada (6 mm). La formación de marañas de fibras de carbono durante el manejo y la adición de las mismas a la matriz en estado líquido ó pastoso, no es posible disgregarlos en la matriz durante la agitación, incluso a tiempos de mezcla muy largos y con velocidades de agitación excesivamente elevados. Bien es cierto que en estas primeras experiencias no se utilizaron los dispositivos de adición de



**Figura 4.1.-** Composite fabricado en semi-sólido y colado por gravedad, mostrando gran cantidad de poros y acumulaciones de fibras donde el aluminio no penetra.



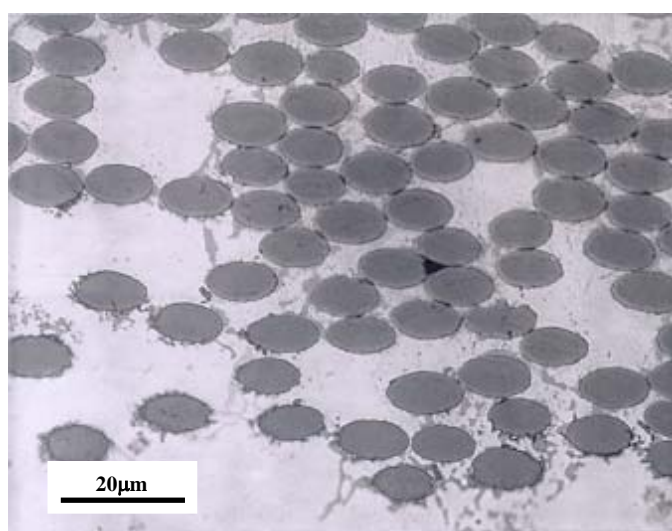
**Figura 4.2.-** Aparición de acumulaciones de fibras durante el proceso de fabricación, las cuales son penetrados por el aluminio gracias a la aplicación de presión.



**Figura 4.3.-** Detalle de una acumulación de fibras, con orientación preferencial, que ha sido completamente infiltrada durante la aplicación de presión.

fibras posteriormente desarrollados, precisamente para evitar en la medida de lo posible la formación de dichas acumulaciones o marañas de fibras, pero aún así la aparición de grandes porosidades (especialmente en estado semi-sólido) y la imposibilidad que tiene el aluminio de penetrar en el interior de pequeñísimas acumulaciones de fibras, ponen de relieve la necesidad de utilizar el sistema de colada bajo presión que se ha descrito con detenimiento a lo largo de la tesis. La figura 4.1 muestra un ejemplo de la aparición de dichas acumulaciones de fibra, donde el aluminio no es capaz de penetrar en el interior, debido principalmente a la ausencia de

mojabilidad entre ambos componentes. Además, es evidente la formación de grandes porosidades debido a la poca fluidez de la mezcla, que fue agitada en estado semi-sólido a 800 r.p.m, lo que supone un esfuerzo cortante muy elevado (mayor a  $400 \text{ sg}^{-1}$ ), tal como se explicó en el capítulo 2 (pag. 148). El uso de un proceso de conformado como es la forja líquida, aunque no mejoró el problema de la aparición de acumulaciones de fibras, puesto que es un problema que se ha de mejorar en la etapa de adición y durante la mezcla, consiguió hacer que el aluminio penetrará en el interior de dichos agrupamientos fibrosos, a la vez que la porosidad desapareció. Ello facilita el estudio de la influencia de cada variable de fabricación, puesto que se elimina un factor añadido de dispersión de resultados. La figura 4.2 muestra un buen ejemplo de como, aún existiendo las acumulaciones de fibra, el aluminio penetra en el interior de las



**Figura 4.4.-** *Detalle de una acumulación de fibras en el que se observa una mayor reactividad de las fibras exteriores en relación con la baja reactividad de la fibras del interior.*

mismas, ya que es forzado a ello durante la aplicación de presión. La figura 4.3 muestra un detalle de una agrupación de fibras con orientación preferencial y de mayor longitud que el resto de las fibras dispersadas, que ha sido penetrado por el aluminio. Es evidente que estas acumulaciones de fibras tienen orientaciones preferenciales, puesto que provienen de haces de fibras que no han sido dispersados, además con una longitud similar a la de partida, puesto que no han sido golpeados y separados efectivamente durante la agitación. La figura 4.4 muestra un detalle de una de estas agrupaciones, donde es evidente que no ha sido penetrado por el aluminio hasta el

último momento, en el cual se aplica la presión. Se puede observar que las fibras exteriores a la acumulación han sufrido cierto grado de reactividad, por haber estado mas tiempo en contacto con el aluminio, mientras que las del interior apenas sufren reactividad, puesto que han estado en contacto con el aluminio líquido durante un muy breve espacio de tiempo.

2. Es necesario trabajar con un adecuado sistema de adición de fibras para conseguir, en la medida de lo posible, añadir las fibras previamente dispersas, puesto que una vez añadidas en forma de marañas es imposible volver a separarlas, incluso a velocidades de agitación muy elevadas, tiempos de agitación muy largos y mezcla en estado semi-sólido. En cualquier caso, intentar hacer desaparecer la presencia de estas agrupaciones de fibras por estas vías, podría conducir a la formación e inclusión dentro de la mezcla agitada de gran cantidad de óxidos (formados en la superficie), gases, elevada rotura del refuerzo, etc... Por lo que es más interesante mejorar el sistema de adición del refuerzo en la medida de lo posible. Por ello, el resto de la experimentación se llevó a cabo con la utilización del sistema de adición de fibra descrito en el capítulo 2.
3. El aumento de viscosidad de la mezcla durante la adición de la fibra es considerable. Durante estas primeras pruebas preliminares se comprobó que una velocidad de agitación de 500 r.p.m., era la mínima necesaria para conseguir introducir una cantidad de refuerzo de alrededor del 6-7%v, mientras que para alcanzar un 10%v, la velocidad debía ser 600 r.p.m. como mínimo. Se ha constatado un muy importante aumento de la viscosidad por encima de un contenido del 5%v, siendo imposible formar un vórtice estable a través del cual seguir añadiendo la fibra, por debajo de las 600 r.p.m.. Se consideró que se estudiaría ésta velocidad de agitación y una sensiblemente superior (800 r.p.m.) que permitiera establecer diferencias con la anterior sin la necesidad de ir a velocidades de agitación superiores (1000 o mayores) donde los efectos de rotura del refuerzo y formación de óxidos serían mucho más importantes.

Este efecto de aumento de viscosidad debido a la adición de una fase sólida a un líquido es cada vez mas elevado a medida que se añade la fibra, siendo mucho mayor al efecto de aumento de viscosidad cuando se añaden partículas en una cantidad similar. Esto es debido, principalmente, por un lado a la tendencia que tienen las fibras a aglomerarse, formando grandes acumulaciones de fibras que durante la agitación se

comportan como un único elemento con gran resistencia al flujo, y, por otro lado, a la mayor resistencia que tienen las fibras individuales, en comparación con las partículas (de forma esférica o similar,) al flujo.

Asimismo, se ha comprobado una importante disminución de la viscosidad de la mezcla cuanto mayor es el tiempo de agitación. Esto se puede fácilmente explicar por el hecho de que las fibras, al ir rompiéndose, es decir, disminuyendo su longitud durante el proceso, se comportan de manera cada vez mas parecida a una partícula. Se ha comprobado cómo un tiempo de agitación superior a 120 minutos a una velocidad de 400 r.p.m. (correspondiente a  $213 \text{ sg}^{-1}$ ) da lugar a mezclas de una viscosidad muy parecida a la de un típico composite comercial Al+10%SiC<sub>p</sub>. Esto, como posteriormente se verá, es debido a una reducción de la longitud de la fibra desde 6 mm a aproximadamente 300  $\mu\text{m}$ . Estas observaciones empíricas están de acuerdo con los trabajos de Kool y colaboradores<sup>1,2</sup>, los cuales midieron experimentalmente la viscosidad de aluminio fundido agitado en el estado semi-sólido y el efecto de la adición de partículas y fibras de SiC a los mismos. En sus trabajos, se ha visto una relación directa entre velocidad de cizalla, tiempo de agitación y cantidad de fase sólida, sobre la viscosidad de la mezcla. Asimismo, comprobaron una mayor viscosidad aparente en composites de fibra corta agitados en comparación con los composites con partículas, en los primeros estados de la agitación. Sin embargo, transcurrido un tiempo de agitación ambas viscosidades se igualan, debido a una reducción de la longitud de la fibra corta de SiC hasta un valor de 50  $\mu\text{m}$ , sensiblemente inferior al obtenido en la presente investigación. En la presente investigación, se han constatado experimentalmente los mismos resultados en el caso de fibra corta de carbono, aunque se puede considerar que el efecto en la viscosidad no es función de la naturaleza de la fibra, sino de su forma (longitud y diámetro) y volumen presente en la mezcla.

Con los resultados y observaciones realizadas en las muestras fabricadas durante esta primera etapa, se identificaron los parámetros de fabricación y ensayo para el estudio de las diferentes variables de proceso y su influencia en las propiedades finales del composite.



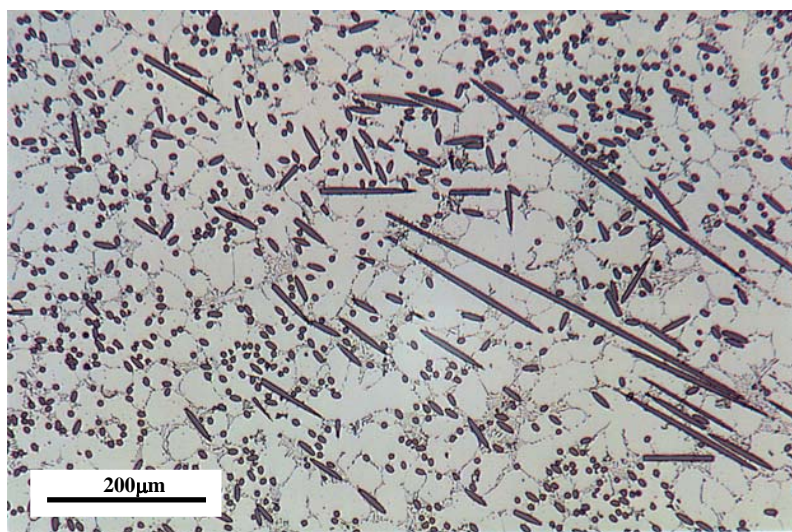
Los parámetros de estudio y condiciones de fabricación de las muestras han sido descritas en el anterior capítulo.

#### **4.2.1.1- Características Generales de los Composites Fabricados**

De todas las piezas fabricadas se extrajeron muestras metalográficas y probetas para ensayos mecánicos. Los resultados de las observaciones realizadas en dichas muestras, así como de los resultados de los ensayos mecánicos y el posterior estudio de la superficie de fractura, se presentan a continuación.

##### **1) Microestructura**

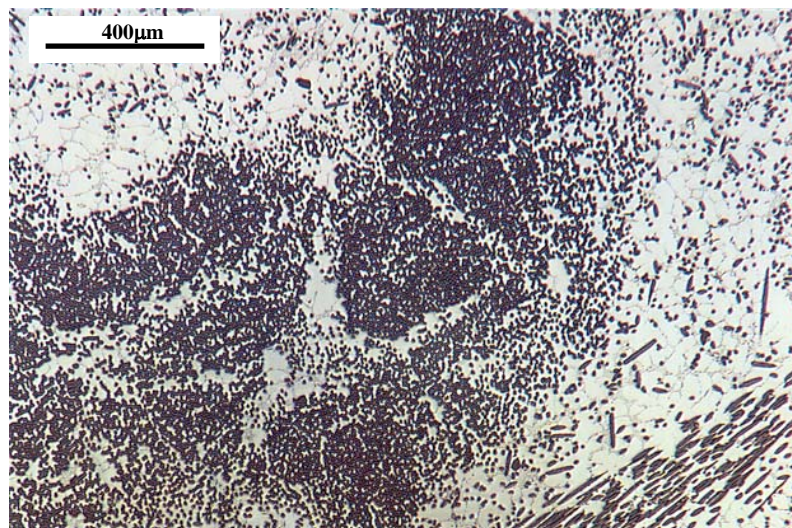
Todas las probetas fabricadas tienen una buena distribución del refuerzo, con una presencia más o menos importante de acumulaciones de fibras (“clusters”) perfectamente infiltrados por el aluminio en el momento de hacer la presión durante el proceso de conformado. La figura 4.5 muestra una micrografía tomada a bajos aumentos donde puede verse una muy buena distribución de fibras, las cuales no tienen una distribución preferencial sino que se pueden considerar como isotropas, como puede comprobarse en la fotografía por la gran cantidad de diferentes secciones que se han hecho en las fibras durante la preparación de la muestra metalográfica. Esta figura



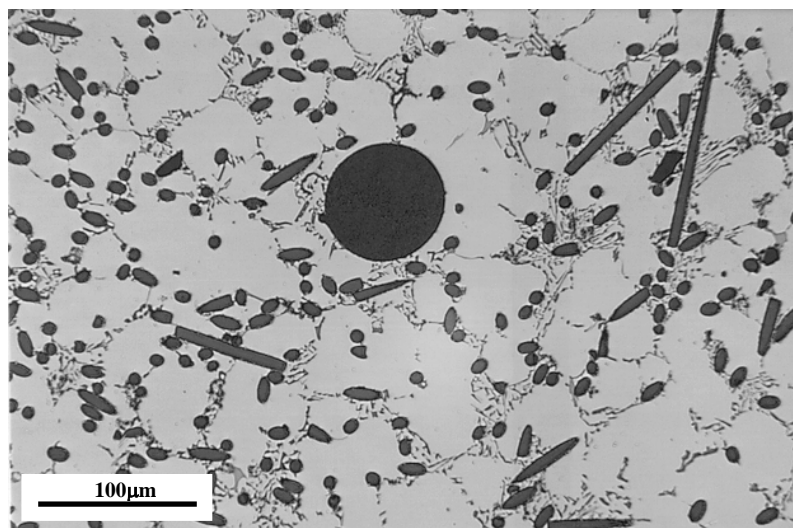
**Figura 4.5.-** Distribución homogénea del refuerzo en los composites fabricados.



representa, de manera general, los resultados obtenidos en todas las muestras fabricadas con fibra de 6 mm de longitud, lo cual significa que los rangos escogidos para cada parámetro de fabricación han permitido fabricar composites homogéneos y de buena calidad desde este particular punto de vista. De la misma manera, dicha distribución homogénea del refuerzo ha estado patente en todo el volumen de la pieza fabricada, no pudiéndose observar alguna especial acumulación del refuerzo en las partes superiores por flotación, lo que confirma que el tiempo transcurrido desde que se detiene la agitación en el crisol hasta que se solidifica el composite es lo suficientemente corto para que no se produzca tal indeseable efecto.



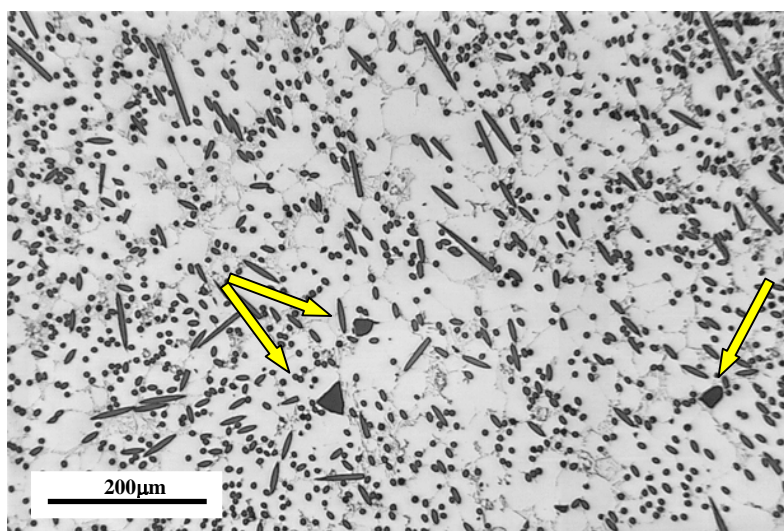
**Figura 4.6.-** Presencia de grandes acumulaciones de fibras en los composites fabricados a pesar de la utilización del sistema de adición de fibras.



**Figura 4.7.-** Formación de espinelas durante el proceso de fabricación del composite por reacción del magnesio con los óxidos presentes en la mezcla.

Sin embargo, aunque de forma general la distribución del refuerzo ha sido homogénea en todas las muestras fabricadas, siempre hay presencia de algunas acumulaciones de fibras, como el que se muestra en la figura 4.6. La utilización del sistema de adición de fibras, aunque consigue disminuir de forma notable la presencia de acumulaciones de fibras en los composites fabricados, no es capaz de evitar el fenómeno por completo. La influencia de dichas acumulaciones en el comportamiento a rotura del material será explicada más adelante.

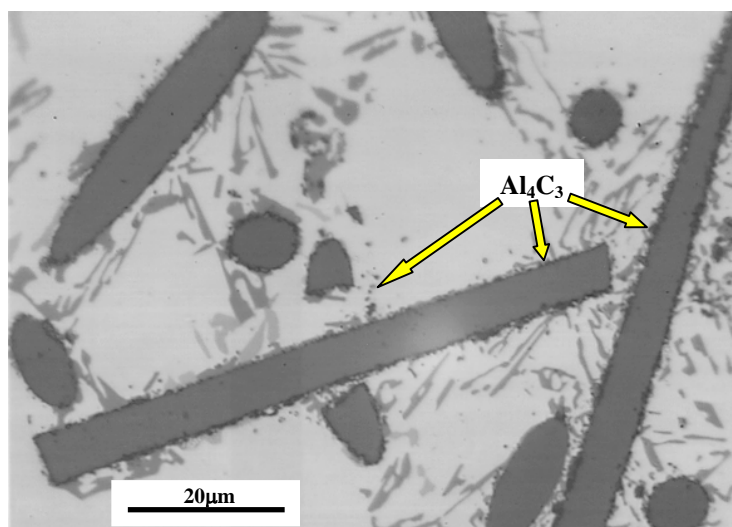
Se ha constatado la presencia de un gran número de inclusiones y formación de productos de reacción debido al largo tiempo en el cual se ha llevado a cabo el proceso de fabricación del composite. En el caso de la presente investigación, la reactividad entre el carbono y el aluminio da lugar a la formación del carburo de aluminio, aunque el alto contenido en silicio de la aleación ayuda a disminuir tal reactividad. Además, la introducción de óxidos durante el proceso de adición de la fibra, especialmente importante en las muestras fabricadas en esta etapa debido a los largos procesos de adición y la alta velocidad de agitación, aporta la cantidad de oxígeno necesaria para la aparición del  $\text{MgO}$  y, especialmente, la espinela  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  por reacción con el magnesio. Dichos productos de reacción han sido descritos y estudiados en detalle por un buen número de investigadores<sup>13-16</sup> principalmente para el sistema  $\text{Al-SiC}$ . La formación de dicha espinela, un ejemplo del cual se muestra en la figura 4.7, se forma



**Figura 4.8.-** Fragmentos de las espinelas después del proceso de adición y mezcla de la fibra.

por la reducción de algún óxido presente en la mezcla o en el ligante utilizado para fabricar preformas a ser infiltradas por “squeeze casting”. En este caso, el oxígeno está presente en la mezcla en forma de finas películas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y  $\text{SiO}_2$ , los cuales son arrastrados por el vórtice hacia el interior de la matriz, dando lugar a la formación de la espinela ( $\text{Mg} + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{O} \rightarrow \text{MgAl}_2\text{O}_4$ ;  $2\text{SiO}_2 + 2\text{Al} + \text{Mg} \rightarrow \text{MgAl}_2\text{O}_4 + 2\text{Si}$ ). La formación de la espinela se da con asiduidad en aleaciones de aluminio con contenidos en magnesio por encima del 0.03% en peso<sup>17</sup>, siendo más estable la fase espinela que el MgO en aleaciones como la de la presente investigación<sup>17</sup>. Las espinelas se presentan en una variedad de formas<sup>15</sup>, entre las cuales las más típicas son las que se presentan en la figura 4.7. Una vez las espinelas se forman, se rompen durante el proceso de agitación, quedando fragmentado en pequeños trozos, como se muestra en la figura 4.8. La formación de espinelas tiene un efecto negativo importante en las propiedades de los composites fabricados, por lo que es importante minimizar en la medida de lo posible su formación.

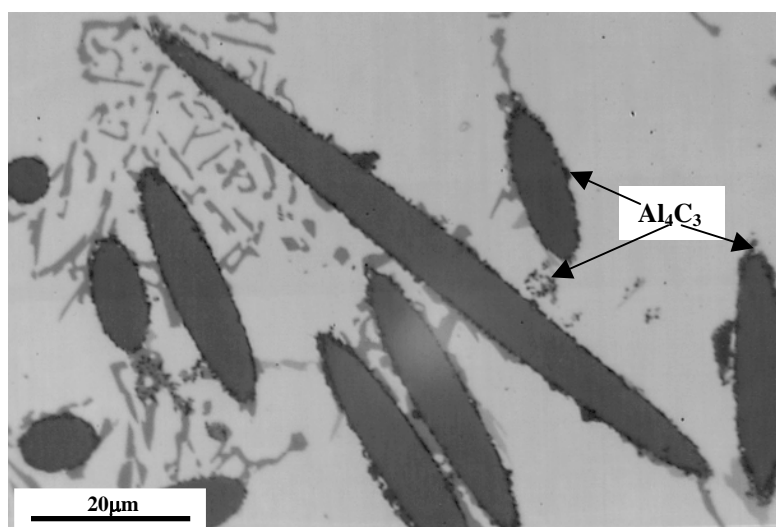
La microestructura de la aleación base, como puede observarse en las anteriores figuras, está formada por una serie de dendritas redondeadas (ver figuras 4.5 y 4.8) formadas debido a la intensa agitación a la que es sometida la aleación durante la fabricación del composite, estando formadas esencialmente éstas por aluminio primario  $\alpha$ . La zona interdendrítica está constituida por los típicos compuestos intermetálicos ( $\text{AlFeMgSi}$ ,



**Figura 4.9.-** Detalle a grandes aumentos de la reactividad fibra-matriz en la muestra REPDE1.

FeSiAl<sub>5</sub>, Mg<sub>2</sub>Si), el silicio eutéctico y silicio primario acicular, como se puso de manifiesto en el capítulo 2 de la presente tesis, dedicado al estudio metalográfico de la aleación matriz.

La microestructura del material fabricado es muy refinada debido al proceso de conformado del material y a la aceleración del proceso de solidificado por los sistemas de refrigeración incorporados al molde, no habiendo diferencias sustanciales entre las diferentes partes del lingote producido (paredes y centro). Se ha conseguido una buena unión entre fibra y matriz, es decir, no se han observado discontinuidades en la intercara debido a una mala mojabilidad, aunque hay que tener en cuenta que la colada se ha hecho bajo presión, lo que da lugar a que el metal sea forzado a permanecer en contacto con el refuerzo. No obstante, es evidente que existe una gran cantidad de fibras que aparecen rotas debido al proceso de adición y mezcla, lo que ha sido inevitable por el propio proceso de fabricación. Debido a la elevada razón L/D de las fibras utilizadas, estas aparecen tanto en la zona interdendrítica como dentro de las dendritas de aluminio primario, a diferencia de lo que ocurre con los composites reforzados con partículas de SiC, las cuales habitualmente son arrastradas por el frente de solidificación hacia las zonas interdendríticas y quedan alojadas allí. Otro de los factores que influye notablemente es la altísima velocidad de solidificación, propiciada tanto por la presión ejercida como por la refrigeración de las paredes de molde y contramolde (pistón que aplica presión), lo que hace que el refuerzo quede también en las zonas de solidificación

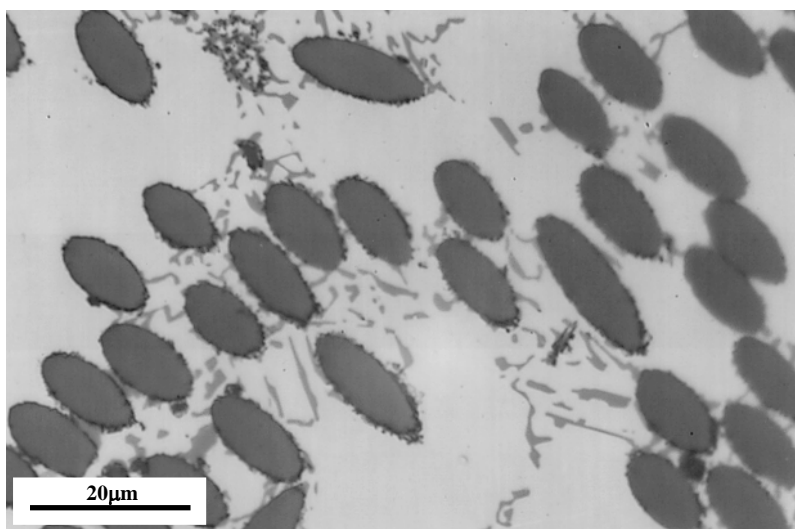


**Figura 4.10.-** Detalle de la intercara fibra-matriz en la muestra REPDE2.

de aluminio primario. Como ejemplo baste con observar cualquiera de las figuras anteriores para comprobar como las fibras que han sido seccionadas en dirección transversal al corte metalográfico (las de mayor longitud en la fotografía) atraviesan zonas dendríticas de aluminio primario.

Todas las muestras fabricadas en este primer lote de experiencias sufrieron una reactividad importante. La figura 4.9 muestra un detalle de la zona de la intercara entre la fibra y el aluminio, evidenciando una importante reactividad entre ambos componentes durante el proceso de fabricación del composite. La micrografía ha sido tomada sobre un composite sin tratamiento térmico, lo que se puede observar por la geometría del silicio eutéctico. Es importante señalar que existe una clara tendencia del silicio a precipitar o difundirse preferentemente hacia la intercara con la fibra de carbono. Es evidente, en esta última figura, la presencia de cristales de  $Al_4C_3$  (señalados en la flecha) que se forman en la intercara, algunos de los cuales incluso se desprenden de la intercara y quedan en la matriz de aluminio. La formación de dicho compuesto, además de ser un punto frágil de preferente nucleación y crecimiento de grietas, significa un deterioro importante en las propiedades mecánicas de la fibra y, por tanto, una disminución del comportamiento mecánico del composite que se ha fabricado.

Las figuras 4.10 y 4.11 están tomadas de las muestras REPDE2 y REPDE3, en condición de bruto de colada. En ellas se puede observar también una elevada



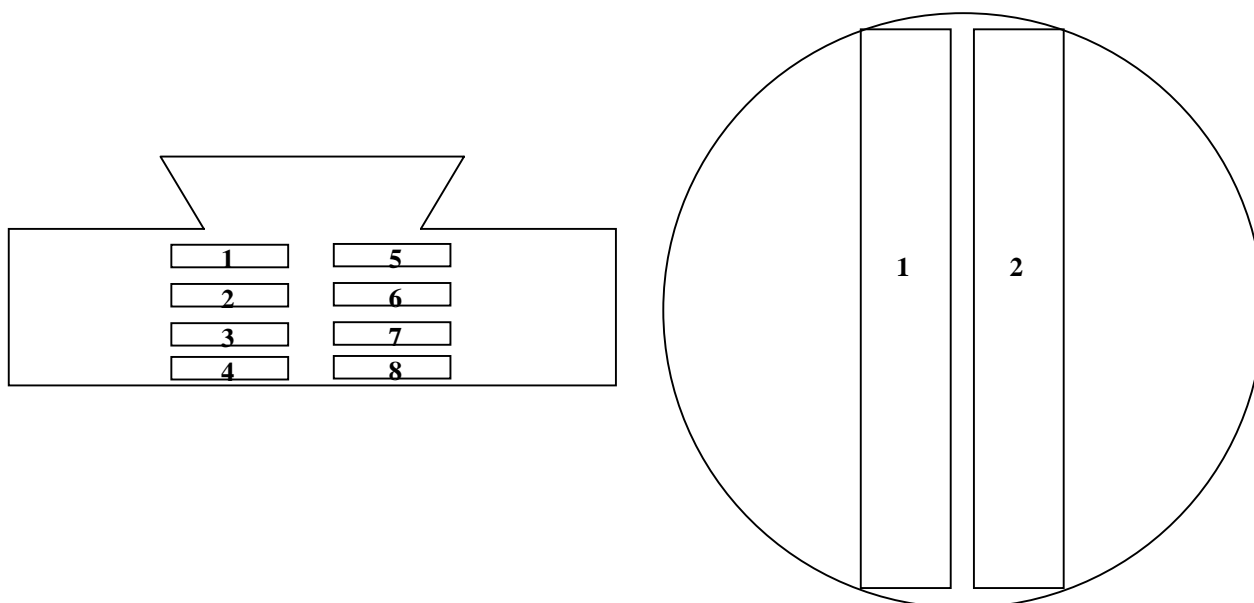
**Figura 4.11.-** Aspecto de la intercara aluminio-carbono de la muestra de referencia REPDE3.

reactividad entre la fibra y la matriz, al igual que en la muestra anterior (figura 4.9). De manera cualitativa se puede observar una mayor presencia de carburos de aluminio ( $\text{Al}_4\text{C}_3$ ) alrededor de la fibra en aquellas muestras en las que el tiempo de contacto metal fundido-fibra es mas largo (180 minutos) y la temperatura de proceso es mayor (943 K). Parece tener una mayor influencia en la formación de carburos en la intercara el tiempo de contacto (180 a 120 minutos) que la mayor temperatura (903 a 943 K). Aunque no se ha hecho un estudio exhaustivo, mediciones de entalpías de reacción de formación del carburo por técnicas de DSC (calorimetría diferencial de barrido) corroboran las observaciones metalográficas realizadas en la intercara.

En cualquier caso la reactividad ha sido excesivamente elevada en todas las piezas fabricadas en esta primera fase de la experimentación, pero tanto la dificultad de la adición de fibra de tal longitud, como su mezcla en la matriz de aluminio, hacen prácticamente imposible conseguir tiempos de adición y mezcla más cortos.

#### 4.2.1.2- Ensayos de Tracción

De todas las piezas fabricadas se obtuvieron 8 probetas de tracción de dimensiones señaladas en el punto 3.3.2. Las probetas se obtuvieron de cada lingote fabricado según se



**Figura 4.12.-** Disposición de las probetas de tracción sacadas de todas las piezas fabricadas en la primera etapa de la experimentación. Vista lateral y superior.



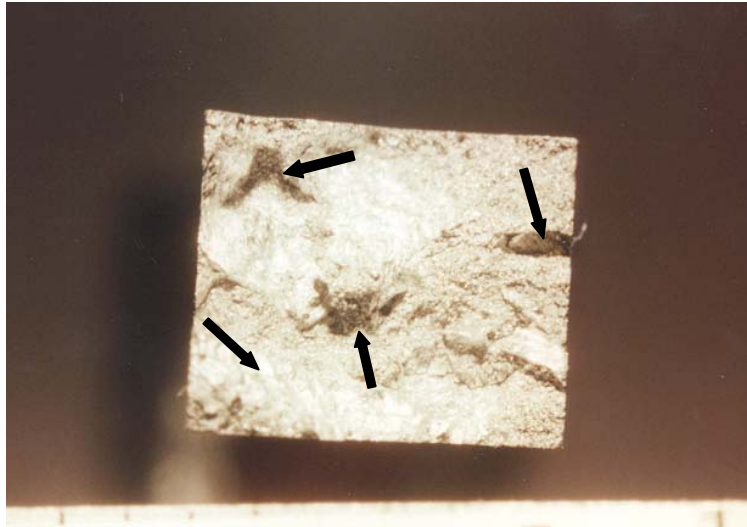
señala en la figura 4.12.

Las probetas se ensayaron en dos condiciones diferentes, cuatro de ellas sin tratamiento térmico y el resto (otras cuatro) con tratamiento T6, cuyas condiciones han sido detalladas en anteriores capítulos.

Los resultados obtenidos en los ensayos se han incluido en la tabla 4.1, solamente en lo que se refiere a carga de rotura y deformación, puesto que al ser resultados muy bajos no merece la pena hacer mención al resto de ellos. Como era de temer, todos los datos, tanto de carga a rotura como de deformación, son mucho menores a los obtenidos con la aleación sin reforzar, básicamente por el hecho de que aparecen una gran cantidad de óxidos en la superficie de rotura, provenientes del proceso de fusión, adición y mezcla del refuerzo.

Referencia	Condición	Carga de rotura (MPa)	Deformación (%)
REPDE1	Bruto	110	0.45
	T6	182	0.32
REPDE2	Bruto	115	0.60
	T6	190	0.43
REPDE3	Bruto	103	0.56
	T6	165	0.42
REPDE4	Bruto	140	0.54
	T6	170	0.28
REPDE5	Bruto	105	0.35
	T6	156	0.29
REPDE6	Bruto	115	0.38
	T6	131	0.54
REPDE7	Bruto	112	0.66
	T6	174	0.30
REPDE8	Bruto	80	0.25
	T6	120	0.22

**Tabla 4.1.-** Resultados de los ensayos a tracción a temperatura ambiente de composites fabricados con fibra de carbono de 6 mm de longitud.



**Figura 4.13.-** Macrografía de superficie de fractura de una probeta ensayada a tracción a temperatura ambiente. Se puede observar la presencia de importantes inclusiones provenientes del proceso de fabricación.

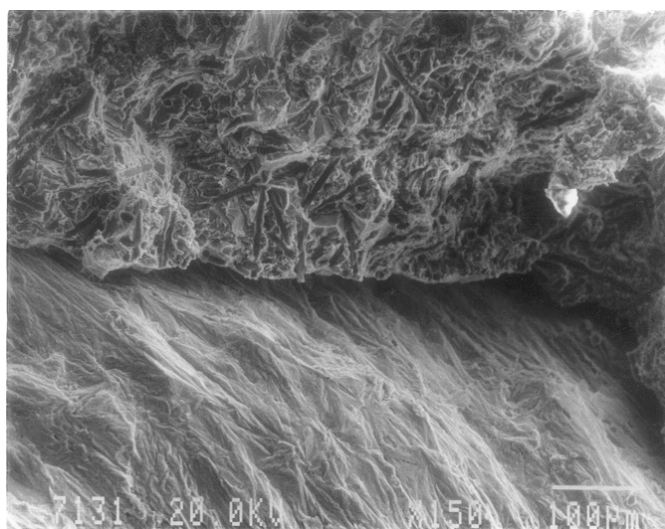
Los resultados de los ensayos que aquí se presentan corresponden a aquellas probetas que, aun teniendo defectos en forma de inclusiones en la superficie de rotura incluso observables a simple vista, no presentaban una superficie de fractura con una presencia de óxidos o espinelas excesiva. No obstante, se pudo constatar la presencia de dichos defectos en las superficies de rotura en todas las probetas ensayadas, como se puede ver en la figura 4.13, realizada sobre la superficie de fractura de una de las probetas ensayadas, en la cual se evidencia el comienzo de la rotura a partir de los defectos presentes (señalados con las flechas).

Como anteriormente se ha señalado, similares defectos de colada debido a la introducción de óxidos dentro de la mezcla en agitación como por reacción entre óxidos y elementos aleantes de la matriz (formación de espinelas) han sido extensivamente reportados en la literatura. Samuel<sup>15</sup> y colaboradores proponen un sistema de filtración durante el proceso de colada mediante filtros cerámicos porosos precalentados e introducidos en un tubo de acero inoxidable, que reduce en gran medida la presencia de dichos defectos por retención de los mismos en el filtro, mientras que no afectan a la retención de las partículas de SiC presentes en el composite (trabajan con Al-SiC comercial suministrado por Duralcan). Un sistema similar se probó en la presente investigación, resultado completamente insatisfactorio debido a la alta viscosidad de la



mezcla y la elevada longitud del refuerzo, el cual hacía imposible el paso de la mezcla a través del filtro.

Es evidente que los bajos resultados de los ensayos mecánicos a temperatura ambiente tienen su razón de ser por la gran cantidad de óxidos que aparecen en la superficie de fractura. Se ha intentado hacer un análisis de los resultados en función de los parámetros de fabricación y, aunque la presencia de óxidos ha sido general en todas las probetas fabricadas con cualquiera de la combinación de parámetros, es claro que la mayor cantidad de óxidos se ha obtenido en aquellas piezas cuya temperatura de fabricación era mas baja, y por tanto unos valores menores aún si cabe. En el caso de la muestra de referencia REPDE 1, los resultados son similares a las probetas fabricadas con la temperatura superior (943 K), pero en este caso el número de probetas que fueron desechadas por presencia excesiva de óxidos en la superficie de fractura fue muy superior. Esta mayor presencia de óxidos se puede explicar por el hecho de que la viscosidad, a tal temperatura, es bastante mayor que a temperaturas mas elevadas, lo cual favorece el arrastre de las capas de óxidos que se forman en la superficie del caldo hacia el interior de la mezcla en agitación, siendo muy difícil que dichos óxidos arrastrados hacia el interior puedan eliminarse posteriormente por flotación (como en una aleación de aluminio convencional), ya que las propias fibras impiden su flotación.

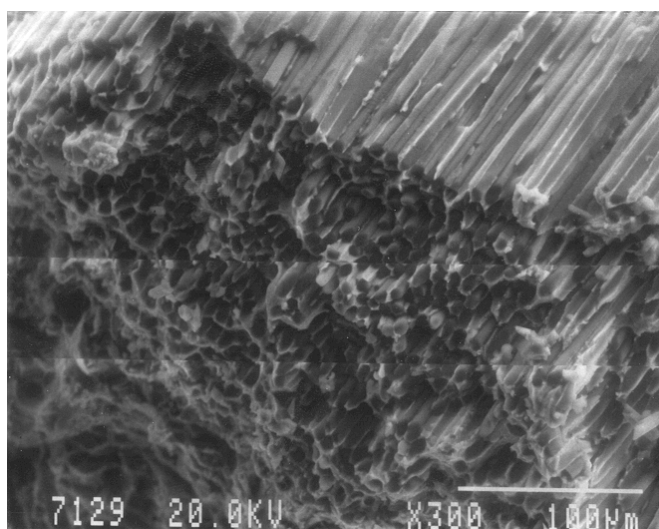


**Figura 4.14.-** *Detalle de la superficie de fractura mostrando la presencia de una piel óxida con inapreciable deformación a rotura.*

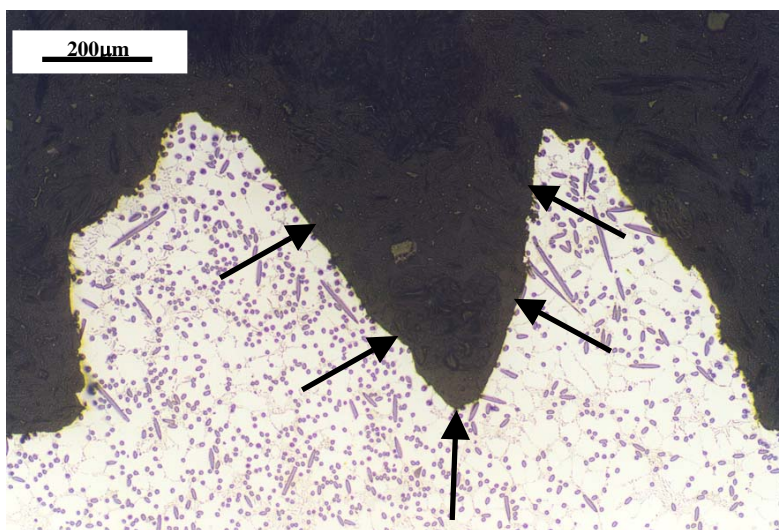
Sin embargo, aunque parece que existe una mayor presencia de óxidos a temperaturas de proceso menores, no existe tal evidencia para el resto de los parámetros, como son tiempo, velocidad de agitación, posición del agitador en el crisol y precalentamiento del refuerzo previo a su adición al aluminio.

Por otro lado, las propiedades mecánicas obtenidas en muestras tratadas térmicamente mediante un T6, han alcanzado valores de carga a rotura notablemente superiores a aquellos obtenidos sin tratamiento, mientras que los valores de deformación han disminuido, lo cual era de esperar. Los bajos valores de carga a rotura en comparación con la aleación sin reforzar tienen su razón por el mero hecho de que la adición de refuerzo cerámico fragiliza el material, además de por la presencia de óxidos.

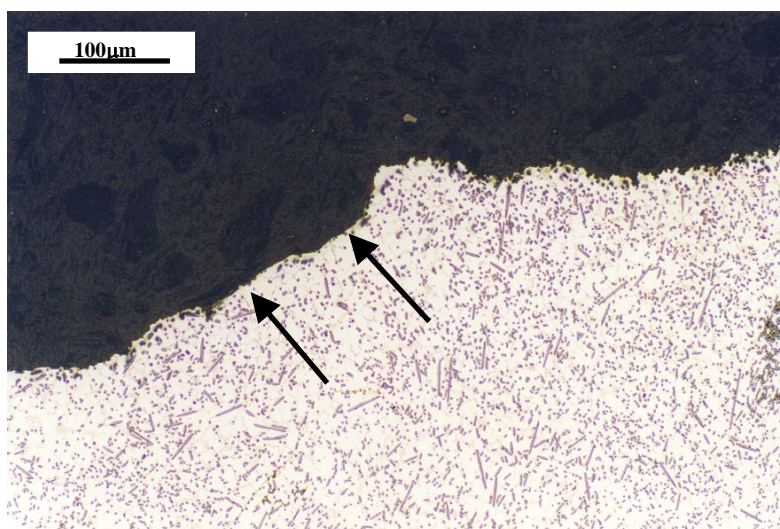
La figura 4.14 muestra un detalle de la superficie de fractura obtenido por microscopía electrónica, en el cual se puede observar un óxido ocupando toda la zona inferior de la micrografía. Se puede observar, en la parte superior de la imagen, que la fractura de la probeta es frágil, como corresponde a un material compuesto de aluminio, con presencia de fibras aflorando a la superficie, mientras que la zona correspondiente al óxido no tiene ninguna deformación, sino que se evidencia una total ausencia de deformación ni de fibras aflorando a la superficie. La figura 4.15 muestra la presencia de “clusters” o acumulaciones de fibras en la superficie, lo que denota el hecho de que dichas



**Figura 4.15.-** *Detalle de una acumulación de fibras resultante de una imperfecta distribución del refuerzo durante la fabricación.*



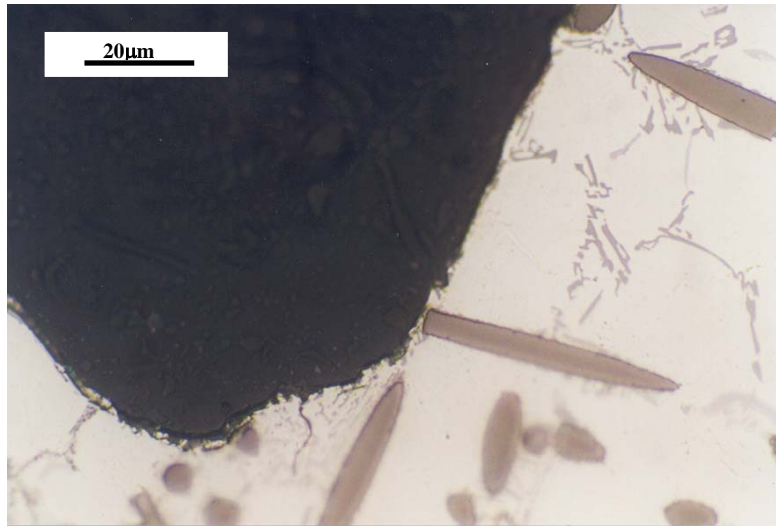
**Figura 4.16.-** Corte transversal de un defecto (señalado con flechas). Se puede observar una rotura sin apenas deformación.



**Figura 4.17.-** Zona de inclusiones en fractura de composites.

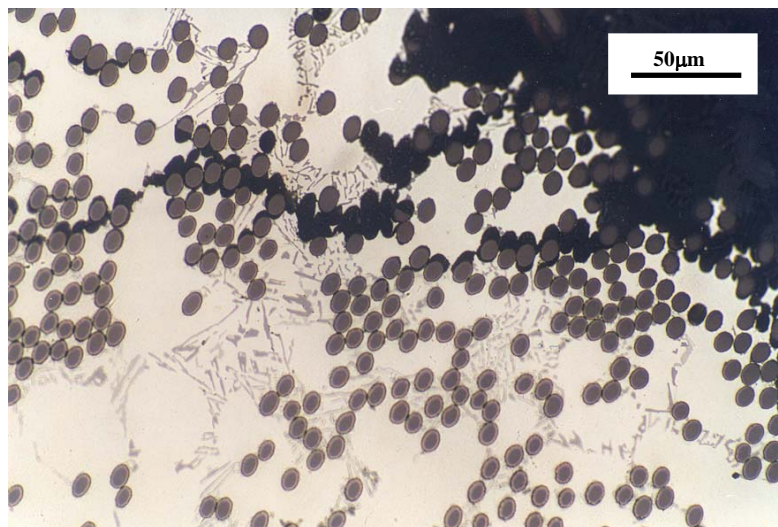
acumulaciones se comportan como un punto de nucleación preferente de grietas y rotura. Se puede observar como las fibras quedan expuestas al exterior después de la fractura, quedando muchas de ellas completamente desnudas (fenómeno de “pull-out”). La grieta en éstas acumulaciones progresa rápidamente a través de las intercaras, las cuales además de estar formadas por carburos frágiles ( $\text{Al}_4\text{C}_3$ ) están en contacto unas con otras, lo que facilita una rápida propagación

Con el fin de observar y, si fuera posible, identificar las inclusiones que aparecen en la superficie de fractura, así como el progreso de la grieta en las acumulaciones de fibras,



**Figura 4.18.-** *Detalle de una zona de óxido. No se ha podido observar la piel óxida mediante el corte transversal.*

se hicieron cortes transversales a la superficie de fractura en aquellos puntos donde aparecían los defectos. Las figuras 4.16 y 4.17 muestran el corte transversal en la zona de fractura de dos defectos en dos probetas diferentes. Aunque se puede ver claramente la ausencia de deformación durante la rotura en aquellas zonas (señaladas por flechas) donde aparecen los defectos, no se ha podido conseguir su observación en cortes transversales. La grieta ha progresado de forma muy diferente en dichas zonas, evidenciándose una falta de unión entre las dos mitades rotas de la probeta en aquellas zonas donde aparecen los óxidos.



**Figura 4.19.-** *Formación y progreso de grietas a través de las intercaras en zonas de irregular acumulación de fibras.*

Sin embargo, debido a su extremada delgadez no se pueden observar mediante microscopía óptica e, incluso, electrónica de barrido en cortes transversales. La figura 4.18 corresponde a un detalle de la figura 4.16 a mayores aumentos ( $\times 1000$ ), en el que se puede observar la zona de no-deformación, aunque no se tiene evidencia de la lámina de óxido que se observaba en la superficie de fractura.

La figura 4.19 corresponde a un corte transversal de una probeta donde afloraba una acumulación de fibras similar a la mostrada anteriormente en la figura 4.15. La misma evidencia una mayor facilidad de nucleación y progreso de grietas formadas en la intercara. Ello es debido a que apenas necesitan progresar a través de la matriz de aluminio para encontrar una nueva intercara, sino que por el contrario, al estar en contacto la intercara de una fibra con la intercara de la fibra vecina, la grieta se transmite y progresa casi instantáneamente. Esto pone de manifiesto, de nuevo, la gran importancia que tiene una homogénea distribución de fibras en la matriz y, sobre todo, que no existan acumulaciones de fibras que faciliten una rápida rotura. En el caso de que todas las fibras estuvieran rodeadas de la matriz metálica y a una cierta distancia, la grieta generada en una intercara progresaría con dificultad hasta la siguiente intercara, lo que mejoraría el comportamiento mecánico del composite. A todo este razonamiento hay que añadir que, una situación en la que se mejorara la unión fibra/matriz, es decir que condujera a un mejor anclaje de la fibra en la matriz, a la vez que se evitara la formación de compuestos frágiles, sería la situación ideal en la que se mejoraría notablemente las prestaciones de los materiales fabricados.

#### **4.2.1.3- Medida de la Rotura de Fibras durante el Proceso de Fabricación**

Como se ha puesto de manifiesto en numerosas ocasiones durante la presente tesis, la longitud de la fibra utilizada como refuerzo en un metal, y más en concreto, su relación de aspecto ( $L/D$ ) tiene un reflejo en las propiedades mecánicas que puede alcanzar un composite de matriz metálica. Así, teóricamente, a mayor relación de aspecto se corresponde unas mejores prestaciones mecánicas, siempre teniendo en cuenta que las fibras estén orientadas en la dirección longitudinal al esfuerzo, etc... Es por ello que se ha prestado una mayor dedicación a la cuantificación real de la longitud del refuerzo

después del proceso de fabricación, lo cual nos dio una idea exacta de lo que realmente se estaba obteniendo y de la idoneidad de la adición de fibras de tal longitud (6 mm).

La tabla 4.2 presenta un resumen de los datos obtenidos en las mediciones de la longitud de la fibra resultante del proceso de fabricación, después de llevar a cabo el proceso de disolución de la matriz de aluminio, tal como se expuso en el anterior capítulo. Como era de esperar, en todas las experiencias realizadas la extensión de la rotura de fibras fue muy importante, obteniéndose, en el mejor de los casos, una longitud final 10 veces inferior a la longitud inicial de la fibra.

Muestra	Nº de datos	Longitud Final Media (mm)
REPDE1	951	0.37
REPDE2	1023	0.27
REPDE3	1000	0.39
REPDE4	1000	0.23
REPDE5	1000	0.32
REPDE6	880	0.58
REPDE7	801	0.51
REPDE8	1000	0.38

**Tabla 4.2.-** Resultados de las mediciones de la longitud de fibra resultante después del proceso de fabricación del composite.

Es evidente que el efecto combinado de la velocidad de agitación y tiempo de agitación tiene la mayor influencia sobre el grado de rotura de la fibra. Esto es, a mayor tiempo y velocidad de agitación la longitud final de la fibra es menor, por lo que se puede ver en una comparación de las muestras REPDE 7 y REPDE 6, fabricadas con el menor tiempo y velocidad de agitación (120 minutos y 600 r.p.m.), con las muestras REPDE 5 y REPDE2, fabricadas a 800 r.p.m. y 180 minutos de agitación. El resto de las piezas fabricadas, con valores combinados de tiempo y velocidad de agitación, tienen unos valores de longitud final de fibra algo superiores a las muestras fabricadas con los parámetros más desfavorables, con excepción de la muestra REPDE 4, con unos valores de longitud ilógicamente inferiores a la muestra fabricada con el mismo tiempo y menor velocidad de agitación. Con excepción de dicha muestra, se puede comprobar una

sensible disminución de la longitud final de la fibra a medida que la velocidad y tiempo de agitación aumentan.

Por otro lado, aunque las temperaturas de proceso utilizadas (903 y 943 K) no parece que tengan una clara influencia en la longitud final de fibra, si que existe cierta tendencia a que la rotura de fibras no sea tan severa en las muestras fabricadas a temperaturas inferiores. Esto contrasta con lo que en un principio se puede pensar en cuanto a que una mayor viscosidad en la aleación (903 K) debería dar lugar a una mayor componente de cizalla en las fibras durante la agitación y, por tanto, a un mayor grado de rotura. Sin embargo, la diferencia de viscosidades entre ambas temperaturas no parece que haya tenido tanta influencia en los resultados finales, sino mas bien la mayor reactividad entre la fibra y el aluminio a mayores temperaturas, lo que da lugar a que la fibra se debilite en una mayor medida y, como consecuencia de ello, se rompa con mayor facilidad.

Aunque los resultados obtenidos son, en su mayor parte, lógicos y dentro de lo que cabría esperar, el grado de rotura de la fibra es mucho más elevado que lo que se presenta en la bibliografía<sup>2,3</sup>. No obstante, debido a que la información bibliográfica es principalmente del sistema SiC/Al, con fibras cortas de SiC de 3 y 6 milímetros, los resultados no tienen porque corresponderse con los de la presente investigación. Por otro lado, en dichos estudios no se hace mención alguna de que se hayan encontrado dificultades en la adición de las fibras de tales longitudes (mayores a 3 mm) debido al enmarañamiento físico que sufren, como ha ocurrido en la presente investigación, por lo que se puede deducir que el comportamiento de dichas fibras difiere absolutamente del comportamiento de las fibras de carbono.

*Como consecuencia de los resultados obtenidos, se puede llegar a la conclusión que la adición de fibras de tales longitudes no es eficaz, puesto que obliga a diseñar unos sistemas especiales de adición de la fibra al metal líquido y a utilizar unos parámetros de fabricación muy exigentes que consigan disgregar todas las fibras que permanecen enmarañadas, lo que al final da como resultado una inevitable elevada rotura del refuerzo y una pérdida de propiedades en el material fabricado. La utilización de fibra*



*sensiblemente mas corta, no solamente facilitaría el manejo, adición y homogeneidad en el reparto del refuerzo en la pieza, sino que también permitiría la utilización de unos parámetros de fabricación mucho menos exigentes y en un tiempo de proceso mucho menor, lo que incidiría en la calidad del material fabricado.*

#### **4.2.1.4- Conclusiones sobre los Resultados Obtenidos**

De los resultados obtenidos durante esta primera parte de la experimentación en la fabricación de materiales compuestos de matriz de aluminio con refuerzo de fibra de carbono de longitud 6 mm, a través del proceso de mezcla en estado líquido, se pueden extraer las siguientes principales conclusiones:

- El sistema de adición de fibra, aunque mejora el método de adición y la distribución que las fibras tienen en la matriz, no permite conseguir unos resultados excepcionalmente buenos, ya que siempre se observa una cierta presencia de agrupaciones fibrosas que no son dispersadas durante el proceso de fabricación. Dichas acumulaciones de fibras dan lugar a sitios preferentes de nucleación y crecimiento de grietas, lo que se traduce en unos materiales de bajas propiedades a tracción.
- El proceso de conformado bajo presión permite la obtención de piezas con un nivel de porosidad inapreciable.
- En todas las piezas fabricadas se obtiene un homogéneo reparto del refuerzo, pudiéndose considerar que los composites fabricados son isótropos. No se ha observado en ningún caso el fenómeno de flotación del refuerzo durante el proceso de colada.
- No se ha observado ninguna influencia de los parámetros de fabricación *altura de agitador* (debido al pequeño tamaño del crisol utilizado en la presente investigación) y *precalentamiento del refuerzo*, por lo que no se considerarán en posteriores estudios.
- Como consecuencia de la elevada longitud de la fibra de carbono de partida, se ha hecho imprescindible la utilización de parámetros extremos de fabricación que permitieran su adición y dispersión en la matriz. Ello ha incidido negativamente en



la calidad del material fabricado, ya que ha dado lugar a la inclusión de gran cantidad de óxidos durante el proceso de adición y mezcla, lo que ha provocado la formación de espinelas en el seno de la matriz y por ende, la rotura prematura de las probetas ensayadas.

- Se ha constatado de forma cualitativa una mayor reactividad en aquellas muestras en las que el proceso de fabricación ha sido más largo. No obstante, cualquiera de las muestras fabricadas muestra un nivel de reactividad demasiado elevado como para ser aceptable.
- Existe una relación directa entre los parámetros de fabricación y los resultados de los ensayos de tracción, siendo estos más bajos a medida que los parámetros de fabricación son mas extremos.
- El proceso de fabricación da lugar a composites con fibras de longitud inferior a 0.5 mm, lo que significa que una reducción de la longitud de fibra de partida, a la vez que haría más fácil todo el proceso de adición y mezcla, daría lugar a composites de mejor calidad, con menos cantidad de óxidos incluidos dentro de la pieza, menos acumulaciones de fibra y menos reactividad. La longitud final de fibra obtenida en los composites fabricados, en cualquiera de los casos, es muy superior a la longitud crítica calculada para el presente sistema (54  $\mu\text{m}$ , ver capítulo 2), y lo suficientemente grande como para conseguir una relación de aspecto (L/D) superior a 30.

Por tanto, teniendo en cuenta todas las anteriores conclusiones, se decidió continuar en la investigación con la utilización de fibras de longitud sensiblemente inferior a las utilizadas hasta el momento. Ello permitirá utilizar unos parámetros de fabricación mucho menos exigentes, lo que incidirá de manera positiva en la calidad del material fabricado.

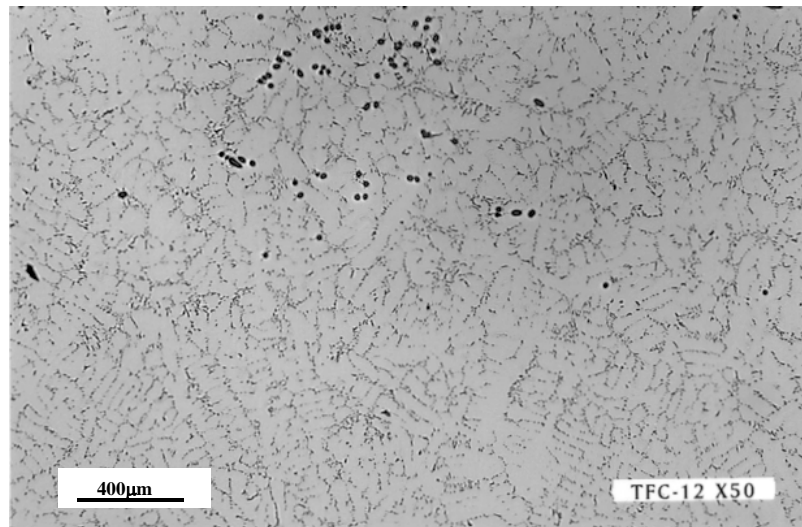
#### **4.2.2.- Adición de Fibra Corta de Longitud Inferior a 0.5 mm**

Los composites fabricados durante esta segunda etapa, así como sus condiciones, han sido descritos en detalle en el capítulo previo. Se han fabricado piezas de aluminio sin reforzar con similares condiciones a las utilizadas para la fabricación de materiales compuestos, con el fin de hacer no solo una comparación con las propiedades obtenidas en los composites sino también una valoración de la influencia del proceso de fabricación, en este caso comparando los valores obtenidos con los típicos obtenidos en piezas conformadas por colada por gravedad.

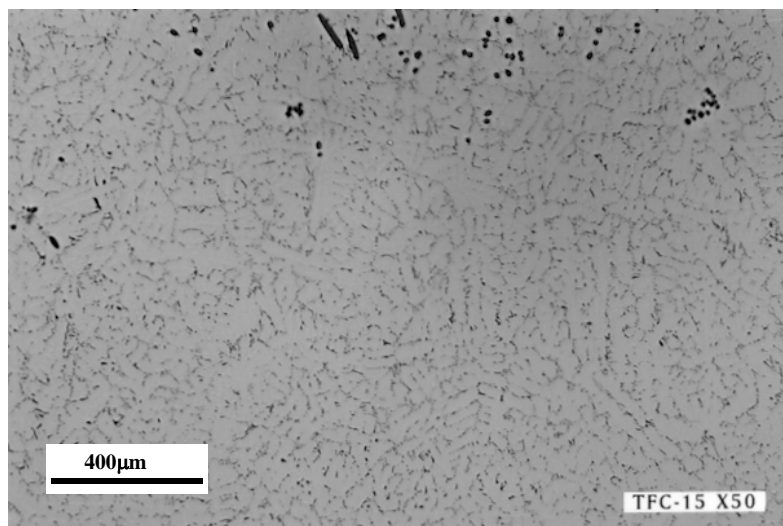
##### **4.2.2.1.- Microestructura y Reactividad**

La primera observación que se ha de señalar es que la fibra de tal longitud se maneja con mucho mayor facilidad, en comparación con el refuerzo utilizado en las piezas fabricadas hasta el momento. El tiempo requerido para añadir el refuerzo y homogeneizar la mezcla en la fabricación del composite es muy inferior (alrededor de media hora) a las anteriores. Asimismo, se observa una mejor incorporación del refuerzo a la matriz agitada, siendo esta incorporación mucho mejor cuando se utiliza fibra con recubrimiento de cobre (ver condiciones de proceso en capítulo 3, pag. 181).

En todas las probetas fabricadas, de manera similar a las piezas fabricadas en la anterior etapa, se observa una gran homogeneidad en la distribución de la fibra. Sin embargo, a diferencia de aquellas, en algunas de las piezas fabricadas con fibra más corta, se ha observado el fenómeno de flotación del refuerzo hacia las zonas superiores de la pieza. Este fenómeno, que se ha observado solamente en la base de la pieza, se mantiene hasta una altura de aproximadamente 6-7 mm, teniendo el resto de la pieza una distribución del refuerzo mucho más homogénea. La flotación del refuerzo, que ha tenido lugar en una extensión mínima gracias a la rapidez en la que se lleva a cabo la colada y solidificación de la pieza, tiene incluso una menor incidencia en aquellas piezas fabricadas y conformadas en el estado semi-sólido (proceso de rheocasting).

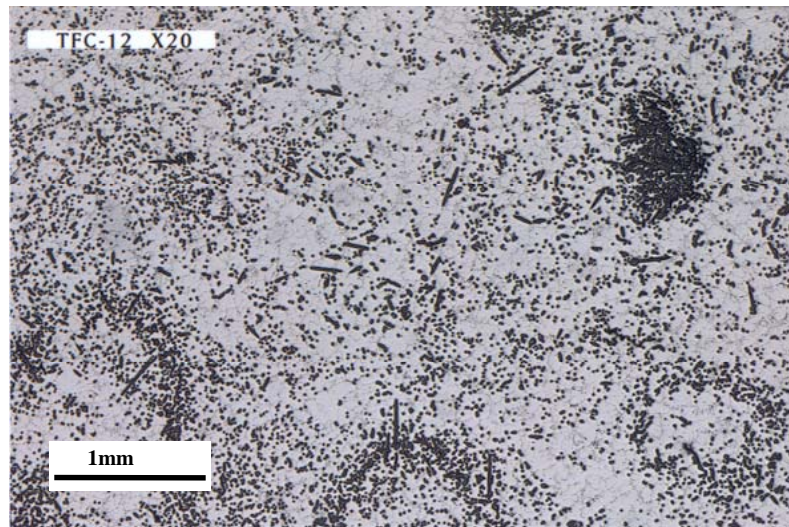


**Figura 4.20.-** Fenómeno de flotación del refuerzo en las zonas inferiores de una pieza fabricada por stir-casting.

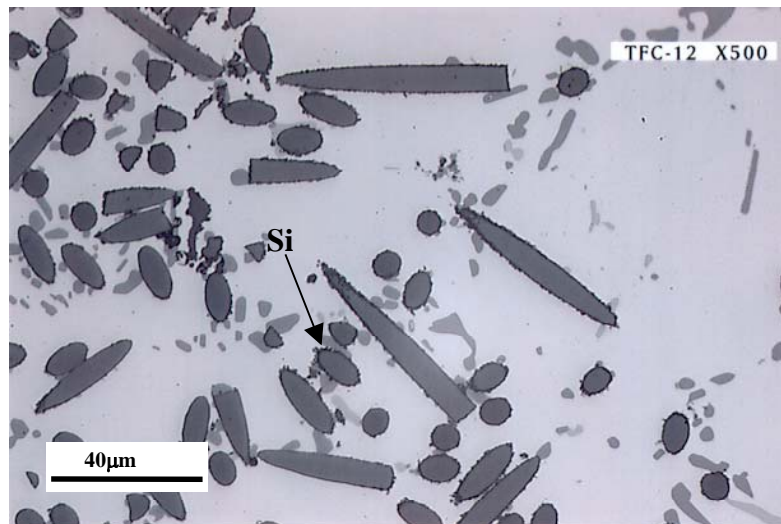


**Figura 4.21.-** Flotación del refuerzo en una probeta fabricada por compo-casting.

Las figuras 4.20 y 4.21 corresponden a la parte inferior de las piezas de referencia TFC12 y TFC15. El proceso de adición y mezcla del refuerzo en ambas piezas se ha llevado a cabo a 913 y 873 K respectivamente, es decir, en estado líquido y semi-sólido, mientras que la colada y conformado se ha llevado a una temperatura de 973 K. En ambas imágenes se puede observar cómo la parte inferior de la pieza queda sin refuerzo, mientras que se puede ver la presencia de fibras en la parte superior. El resto de la pieza (parte superior) mantiene una distribución de fibras bastante homogénea.



**Figura 4.22.-** Presencia de pequeñas acumulaciones de fibras en probetas fabricadas por stir-casting.



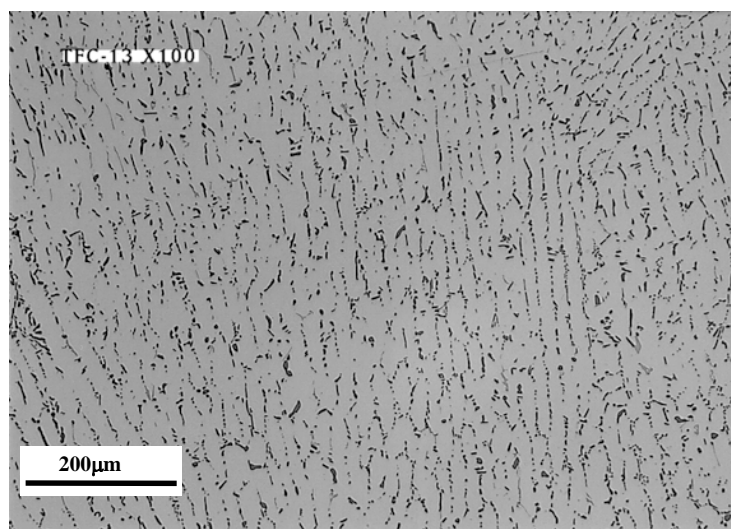
**Figura 4.23.-** Detalle de una probeta fabricada por stir-casting.

Aunque no se observa la presencia de grandes y numerosas acumulaciones de fibras, como en las anteriores piezas fabricadas con fibras más largas, en aquellas piezas fabricadas en estado líquido se puede ver la presencia de pequeñas acumulaciones de fibras, como la que se muestra en la figura 4.22. También es patente que no existe una reactividad extensiva en la intercara fibra-matriz como ocurría anteriormente. En este caso, debido al mucho menor tiempo de contacto entre la fibra y el metal en estado líquido, la reactividad ha sido mucho menos acusada o incluso inexistente, como lo demuestra la figura 4.23, tomada a 500 aumentos, en comparación con las figuras 4.9-4.11. También se observa precipitación ó difusión preferencial del silicio hacia las

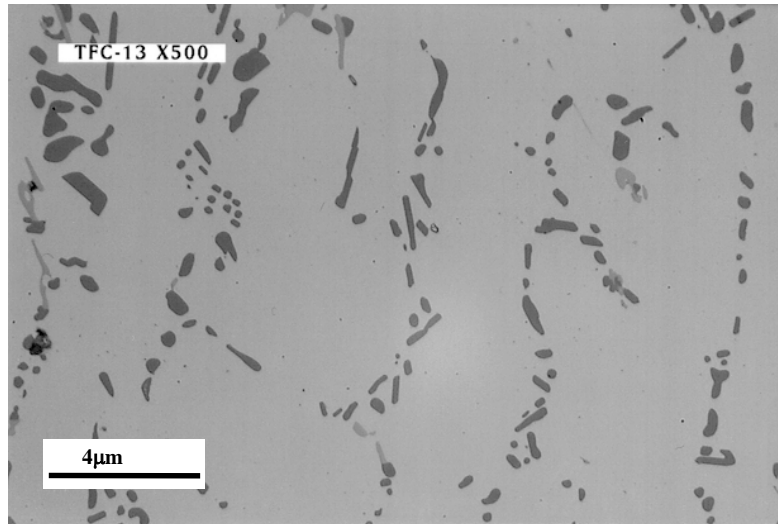
fibras. Este fenómeno ha sido también observado por Pai y colaboradores<sup>24</sup>, reportándose una precipitación preferencial de silicio eutéctico hacia fibras cortas de SiC (Nicalón) en composites fabricados por mezcla en el estado líquido. Este fenómeno tiene su importancia en la reactividad fibra-matriz, como se explicará más adelante.

Es importante señalar que, a diferencia de las probetas fabricadas en la anterior etapa, no se ha observado en ningún caso la presencia de espinelas formadas por reacción entre el magnesio y los óxidos atrapados en el seno de la mezcla. Ello pone de manifiesto que tanto el tiempo de contacto fibra-matriz y de agitación, así como la utilización de una velocidad de agitación muy inferior, la cual disminuya el atrape de óxidos, ha dado lugar a la desaparición del indeseable efecto de la formación de espinelas. No obstante, como se verá mas adelante, aunque no se haya podido observar la formación de espinelas tal y como se presentaba en la anterior figura 4.7, sigue habiendo cierta evidencia de presencia de óxidos en la superficie de fractura de probetas ensayadas.

Como anteriormente se ha señalado, se hicieron 2 piezas sin refuerzo con el fin de hacer un estudio comparativo tanto de las microestructuras como de las propiedades mecánicas alcanzadas. La figura 4.24 muestra la microestructura de la probeta de referencia TFC13 correspondiente a una prueba de agitación en estado líquido (913 K) y posterior colada a 973 K. Se observa una evidente direccionalidad de las dendritas en dirección longitudinal a la de compresión. A pesar de tener un tratamiento térmico T6,



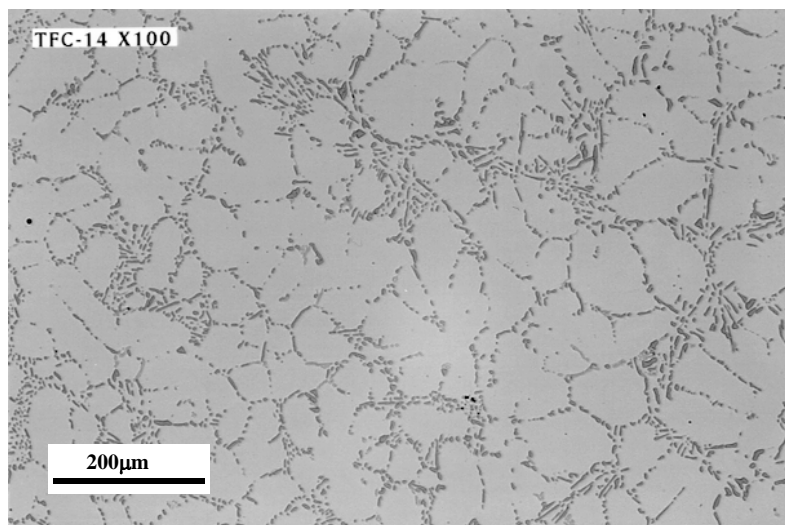
**Figura 4.24.-** Microestructura de la aleación fundido-agitada en al estado líquido (913 K).



**Figura 4.25.-** Detalle de la microestructura de la aleación AS7G06 agitada en el estado líquido.

las dendritas todavía se evidencian claramente. El crecimiento direccional de las dendritas tiene lugar no solo en las partes centrales de la pieza sino también en las partes adyacentes a la pared, donde la velocidad de refrigeración es supuestamente mas elevada. La figura 4.25 muestra un detalle de dicha microestructura, con el silicio eutéctico redondeado después del tratamiento térmico.

En el caso de la muestra agitada en el estado semi-sólido (TFC14), la microestructura difiere por completo a la obtenida en la anterior muestra. En este caso, las dendritas que se obtenían por agitación en estado líquido se han redondeado casi por completo, obteniéndose una estructura globular sin formación de dendritas ni direcciones

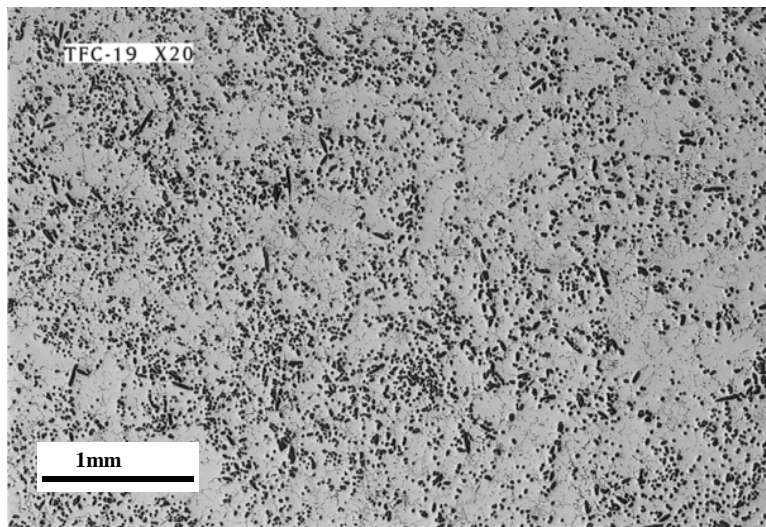


**Figura 4.26.-** Detalle de la microestructura de la aleación AS7G06 agitada en el estado semi-sólido (referencia TFC14).

preferenciales de crecimiento. La figura 4.26 muestra un ejemplo de dicha microestructura. Si hacemos una comparación con aquellas microestructuras obtenidas con la aleación conformada mediante colada por gravedad (capítulo 2), podemos ver que además de tener una estructura más refinada, la formación de dendritas no es tan clara.

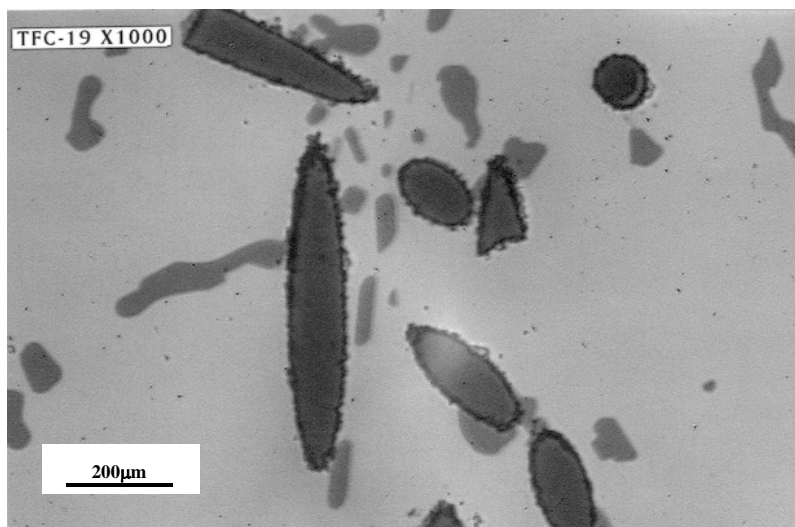
La microestructura de esta muestra, aún siendo notablemente diferente a la anterior (TFC13) y a la microestructura típica de colada por gravedad, no tiene una estructura completamente globular, tal como se presenta en gran cantidad de referencias bibliográficas de trabajos realizados en aleaciones agitadas en el estado semi-sólido<sup>7-10</sup>. Ello es debido a que el tiempo de agitación y la velocidad de cizalla a la que ha sido sometida la aleación, no ha sido suficiente como para alcanzar dicho estado. En el siguiente apartado se verá como las diferentes microestructuras tienen una incidencia directa en las propiedades mecánicas.

En adelante, se van a presentar las observaciones empíricas y metalográficas obtenidas en las muestras fabricadas con fibra recubierta con cobre. En primer lugar, se ha de incidir en el hecho de que tanto la adición como incorporación de la fibra y proceso de mezcla se ha llevado de una manera más rápida y eficaz que en las mismas pruebas realizadas con fibra sin recubrimiento. Tanto la incorporación de la fibra, una vez que es inyectada hacia el vórtice del aluminio, como la formación y estabilidad del vórtice ó remolino durante todo el proceso, se lleva a cabo de una manera más estable y sin interrupciones. A diferencia de estas muestras, en aquellas fabricadas con fibra sin recubrir, cuando la fibra es inyectada hacia el vórtice, la incorporación no es inmediata, permaneciendo en la superficie del caldo durante un cierto tiempo hasta que el vórtice consigue arrastrarlas hacia el interior del metal. Sin embargo, debido a la mejor mojabilidad existente entre el cobre y el aluminio líquido, en este caso el proceso de adición de la fibra es mucho mas continuo, introduciéndose la fibra en el seno del aluminio líquido al mismo tiempo que es inyectado y toma contacto con la superficie del metal líquido en el vórtice.



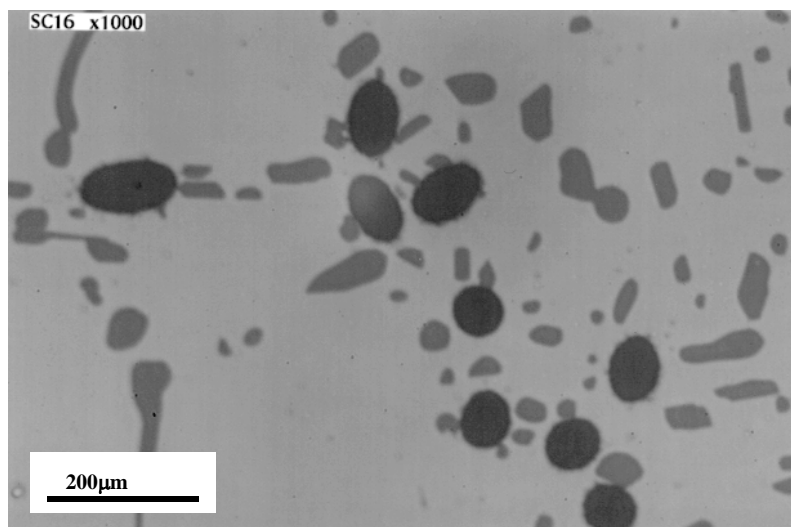
**Figura 4.27.-** Distribución de la fibra en la muestra TFC19, fabricada con fibra de carbono recubierta con cobre.

Por otra parte, dado que la mojabilidad es mejor, la separación efectiva de las pequeñas acumulaciones de fibras es inmediata, lo que hace que el vórtice no sufra alteraciones, a diferencia de las piezas fabricadas con fibras no revestidas, donde durante el tiempo que se necesita para disgregar los cúmulos de fibras añadidos, el vórtice aparece y desaparece debido a la elevada viscosidad derivada de la presencia de dichos cúmulos fibrosos. Todo ello hace que el proceso sea más rápido y sin alteraciones, a la vez que se obtienen composites con una mayor homogeneidad en la distribución del refuerzo. La figura 4.27 muestra una micrografía general de la distribución de la fibra en la muestra TFC19, fabricada por mezcla en estado semi-sólido (873 K durante la agitación y en la



**Figura 4.28.-** Detalle de la muestra TFC19, evidenciándose presencia de compuestos en la intercara debido a una incompleta disolución del revestimiento durante el proceso de fabricación.



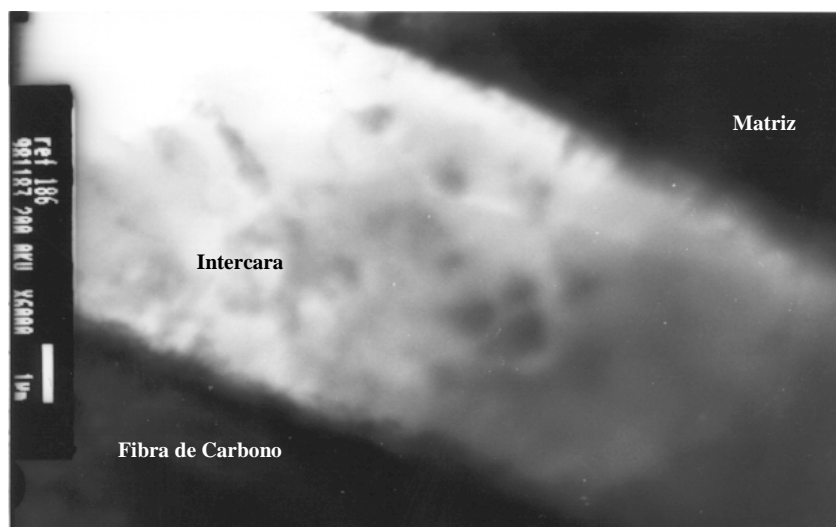


**Figura 4.29.-** Detalle de la intercara fibra-matriz en la muestra de referencia SC16, fabricada con fibra de carbono recubierta con cobre.

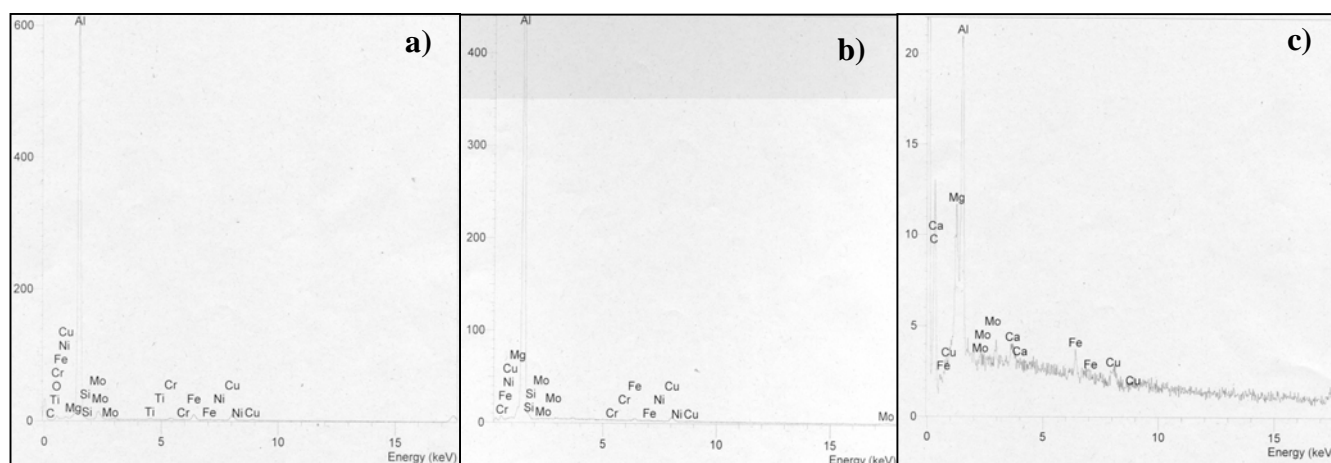
colada). Una similar distribución se obtuvo en la muestra SC16, fabricada con fibra recubierta mediante mezcla y colada en estado líquido (913 y 973 K respectivamente), aunque en este último caso se ha observado una ligera tendencia a la flotación en las partes inferiores de la pieza.

Las figuras 4.28 y 4.29 muestran detalles de la intercara fibra-matriz para ambas piezas. La figura 4.28 muestra una intercara en la que aún se observa la presencia de restos del revestimiento de cobre debido a una incompleta disolución del mismo en la matriz. La figura 4.29 muestra unas fibras con una intercara libre de compuestos de reacción (al menos de una manera masiva) y sin restos del revestimiento de cobre, no habiéndose detectado evidencias de reacción entre matriz y fibra.

Se prepararon dos probetas de las muestras TFC18 y TFC19, correspondientes a dos composites fabricados en el estado semi-sólido, con fibras desnudas y recubiertas con cobre respectivamente, para observación en el microscopio electrónico de transmisión. Se eligieron dichas probetas con el fin de estudiar y detectar la posible presencia de compuestos de reacción y hacer una comparación entre ambas. Sin embargo, ninguna de las dos probetas estudiadas presentó una clara formación de carburos de aluminio en la intercara.



**Figura 4.30.-** Imagen tomada en TEM mostrando la intercara fibra-matriz. Se hicieron espectros de análisis en tres puntos a lo ancho de la intercara.



La figura 4.30 corresponde a una imagen tomada en la intercara fibra-matriz de la muestra TFC18 correspondiente a fibra sin recubrir. Se hicieron espectros en tres puntos de la intercara, desde el punto más alejado y, por tanto, más cercano a la matriz, hasta un punto más cercano a la fibra, correspondiendo a los espectros a), b) y c) incluidos en la anterior figura. En ningún caso se ha podido localizar ningún compuesto de reacción tal como el típico  $\text{Al}_4\text{C}_3$  presentado en una notable cantidad de referencias bibliográficas<sup>18-22</sup>. La más que probable explicación de tal ausencia de reactividad entre fibra y matriz estriba en el hecho de que la temperatura de fabricación fue lo suficientemente baja como para que la reacción no se lleve a cabo si no es durante largos tiempos de exposición. Por otro lado, el tiempo también ha jugado un papel importante en la reducción de la reactividad entre ambos componentes. No obstante, la presencia de silicio en la aleación ha sido, probablemente, el principal motivo por el que

no se ha producido una reactividad extensiva entre refuerzo y matriz. Estos resultados concuerdan exactamente con los trabajos de varios investigadores, los cuales han demostrado la disminución de la reactividad cuando los niveles de silicio en la aleación de aluminio son superiores al 5%. Zhang y colaboradores<sup>22</sup> observaron la casi completa ausencia de reactividad entre la aleación A357 (denominación americana de la aleación utilizada en la presente investigación) y fibras continuas de carbono en composites fabricados por infiltración de preformas a temperaturas superiores (938 K) a las utilizadas en la fabricación de la probeta en estudio. Sawada y colaboradores<sup>21</sup> también experimentaron, con un composite de carbono y Al-Si fabricado por squeeze casting, una menor reactividad aluminio-carbono que con otras aleaciones de aluminio sin silicio, no solo después del proceso de fabricación sino también después de largas exposiciones térmicas. En un trabajo similar a este último, Cheng y colaboradores<sup>20</sup> observaron una influencia muy positiva del elemento aleante silicio en aluminio para la disminución de la reactividad con el carbono. Observaron que durante largas exposiciones térmicas existe una difusión preferencial del silicio hacia el carbono, lo cual da lugar a una disminución de la solubilidad del carbono en la aleación en la intercara y, por tanto una menor formación de productos de reacción. En la presente investigación no se han llevado a cabo tratamientos térmicos de larga duración con el fin de observar tal comportamiento, sin embargo, si se ha observado una cierta tendencia del silicio a segregar hacia la zona de la intercara (ver figura 4.23). Algunos análisis realizados en la intercara en la muestra observada han demostrado la presencia habitual de zonas de silicio primario, lo cual puede ser una de las razones por las que se ha observado ausencia de reactividad.

Asimismo, Pai<sup>23</sup> y colaboradores han observado también ausencia de reactividad en composites de aluminio reforzados con fibra corta de carbono y elaborados por mezcla en estado semi-sólido. En este caso, la aleación de aluminio utilizada (Al-6Zn-2.5Mg-2Cu) es sensiblemente más reactiva con el carbono que la aleación de la presente investigación, lo que pone de manifiesto la importancia de elaborar los composites a la menor temperatura posible para reducir la extensión de la reacción.

Similares observaciones se hicieron en la muestra TFC18 (ver figura 4.31), no habiéndose encontrado evidencia de formación de compuestos de reacción entre el



**Figura 4.31.-** Detalle de la intercara fibra-matriz en la muestra de referencia TFC19, fabricada con fibra de carbono recubierta con cobre.

carbono y el aluminio en la intercara. Sí se ha detectado un mayor contenido de cobre en la intercara, aunque tampoco se ha identificado en ningún caso el compuesto  $\text{Al}_2\text{Cu}$ , lo que pone de manifiesto que dicho compuesto intermetálico no permanece en la intercara sino que el cobre se disuelve y forma el compuesto intermetálico en el aluminio.

Para acabar con éste apartado y como comparación con los resultados obtenidos en la etapa anterior sobre la medida de la longitud de fibra en composites fabricados con fibra corta de longitud inicial de 6 mm, se midieron las longitudes de fibra después del proceso de fabricación de las muestras TFC12 y SC16 de manera similar a como se hizo anteriormente. En este caso, la longitud de fibra final oscila entre 0.35 y 0.40 mm, lo cual no significa una disminución sensible de la longitud de las fibras adicional a la de partida (alrededor de 0.5 mm), a la vez que es muy similar a la longitud final de fibra obtenida en las muestras fabricadas en la anterior etapa.

#### **4.2.2.2.- Ensayos de Tracción**

De todas las piezas fabricadas se obtuvieron probetas para realizar ensayos de tracción a temperatura ambiente (ver figura 4.12). En aquellas piezas que no tuvieron espesor suficiente para que se obtuvieran ocho probetas, así como en aquellas que debido a la flotación del refuerzo se desechó la zona inferior de la pieza, se mantuvo la nomenclatura hasta ahora utilizada, con la única diferencia de que no existen las correspondientes a la zona inferior (referencias con números 4 y 8). También hay probetas que no se han incluido debido a problemas de mecanizado o porque sufrieron la rotura por zona de mordazas durante el ensayo de tracción.

La tabla 4.3 muestra los resultados obtenidos en los ensayos de tracción a temperatura ambiente de los composites fabricados durante esta fase de la investigación, tanto por mezcla en estado líquido como por mezcla en estado semi-sólido y compocasting (mezcla en estado semi-sólido y colada en estado líquido). Asimismo, en la tabla 4.4 se incluyen los resultados de los ensayos de tracción llevados a cabo en las muestras de aluminio sin refuerzo sometidas a agitación en el estado líquido y semi-sólido respectivamente (referencias TFC13 y TFC14).

Como primera observación se puede decir que los resultados, aún no siendo muy regulares y repetitivos, tienen menos dispersión de lo que en un principio se puede esperar de un composite de matriz metálica con refuerzo discontinuo.

Fibra	Ref.	Rec *	Anchura (mm)	Espesor (mm)	Area (mm <sup>2</sup> )	L.E. (0.1%) (MPa)	L.E. (0.2%) (MPa)	Resist. (MPa)	Defor. (%)	Módulo (GPa)
HM	TFC 12.3	-	5.98	5.11	30.55	195.5	211.4	278	1.98	85
	TFC 12.7	-	6.00	5.09	30.54	198.1	214.0	270	2.63	80
	TFC 15.2	-	5.99	5.09	30.49	203.3	223.0	253	1.04	75
	TFC 15.3	-	6.02	4.94	29.84	197.6	211.7	254	1.70	78
	TFC 15.6	-	6.04	4.95	29.90	208.7	229.2	270	1.27	80
	TFC 15.7	-	5.97	5.08	30.33	128.7	183.9	284	2.29	77
	TFC 16.2	-	5.98	5.07	30.31	175.8	198.2	257	1.89	77
	TFC 16.6	-	5.97	5.11	30.51	202.1	217.9	250	1.03	80
	TFC 16.7	-	5.96	4.93	29.33	158.4	191.2	246	1.44	72
	TFC 17.1	-	5.95	5.13	30.52	160.4	177.2	196	0.69	71
	TFC 17.3	-	6.00	5.08	30.48	151.2	170.1	212	1.14	78
	TFC 17.7	-	5.95	5.13	30.52	168.1	184.3	195	0.59	76
	TFC 18.3	-	6.10	5.13	31.29	172.0	190.8	221	0.86	74
	TFC 18.5	-	6.12	5.04	30.84	180.2	200.3	222	0.72	76
	TFC 18.6	-	6.12	5.07	30.52	169.7	199.4	207	0.52	72
	TFC 19.1	Cu	6.04	5.04	30.44	175.3	205.8	270	1.41	74
	TFC 19.2	Cu	6.03	5.08	30.63	189.2	213.3	266	1.18	79
	TFC 19.3	Cu	6.04	5.06	30.56	173.2	198.6	261	1.41	74
	TFC 19.5	Cu	5.97	4.95	29.55	209.0	223.4	271	1.47	73
	TFC 19.6	Cu	6.00	4.96	29.76	202.6	222.1	261	1.14	75
	TFC 19.7	Cu	6.02	5.09	30.64	173.3	201.1	256	1.21	77
	SC 16.3	Cu	6.05	4.96	30.01	197.5	221.9	299	3.52	92
	SC 16.6	Cu	6.03	4.98	30.03	202.2	225.9	292	2.13	69
	SC 16.7	Cu	5.97	4.97	29.67	210.2	230.5	302	2.51	76
	SC 17.1	-	6.00	4.93	29.33	200.1	215.0	258	1.42	80
	SC 17.3	-	5.99	4.87	29.17	195.7	211.5	265	1.73	87

**Tabla 4.3.-** Resultados de los ensayos a tracción en temperatura ambiente de los composites fabricados por mezcla en estado líquido y mezcla en estado semi-sólido (**Rec\*** = Recubrimiento).

Ref.	Anchura (mm)	Espesor (mm)	Area (mm <sup>2</sup> )	L.E. (0.1%) (MPa)	L.E. (0.2%) (MPa)	Resist. (MPa)	Defor. (%)	Módulo (GPa)
TFC 13.1	5.98	5.05	30.20	141.6	161.2	230	9.64	70
TFC 13.2	5.91	5.08	30.02	147.1	163.5	228	3.43	74
TFC 13.3	5.98	5.07	30.32	155.4	170.3	262	9.20	74
TFC 13.4	5.96	5.07	30.22	140.5	154.9	245	7.09	76
TFC 13.5	5.95	5.06	30.11	140.2	154.3	248	8.55	72
TFC 13.6	5.93	5.04	29.89	156.4	168.7	254	7.37	75
TFC 13.7	5.97	5.06	30.21	124.8	149.3	247	8.95	74
TFC 13.8	5.96	4.90	30.21	131.2	145.1	240	8.54	77
TFC 14.1	5.98	5.16	30.85	182.4	199.2	250	2.04	74
TFC 14.2	5.92	5.12	30.31	204.8	223.0	277	2.56	75
TFC 14.3	5.92	5.10	30.19	173.0	191.8	276	6.33	74
TFC 14.5	6.00	5.02	30.12	199.6	217.0	256	1.72	75
TFC 14.6	5.97	4.98	29.73	197.3	222.2	283	3.16	72
TFC 14.7	5.95	5.05	30.05	195.3	215.9	282	3.78	70
TFC 14.8	5.94	5.10	30.29	191.2	106.8	284	6.11	75

**Tabla 4.4.-** Resultados de los ensayos a tracción en temperatura ambiente de la aleación de aluminio AS7G06 agitada en estado líquido y en estado semi-sólido respectivamente.

La gran mayoría de las probetas ensayadas tuvieron la presencia de pequeñas pieles de óxidos en la superficie de fractura, aunque no de manera tan importante como en las muestras fabricadas en la anterior etapa con fibras de mayor longitud. Es importante resaltar que dichos óxidos y defectos no aparecen en las muestras en las que se añadió el refuerzo con recubrimiento de cobre, lo que pone de manifiesto que la mejora de la mojabilidad y, por tanto, la más fácil incorporación del refuerzo a la matriz, disminuye en gran medida el arrastre de óxidos creados en la superficie del metal fundido en

agitación hacia el interior de la mezcla. En el caso de la fibra sin recubrir, debido a la no mojabilidad con el aluminio líquido, su incorporación a la matriz se hace en forma de pequeñas acumulaciones fibrosas que posteriormente se disgregan en el seno de la matriz debido al efecto de la agitación. Sin embargo, dichas acumulaciones no han sido penetradas por el aluminio, por lo que todo el oxígeno de su interior reacciona posteriormente con el aluminio una vez que se van disgregando durante el período de agitación, lo que da lugar a una importante cantidad de óxidos en el seno del metal e incluso a la formación de espinelas si la introducción de óxidos es muy importante, como ocurría en las probetas fabricadas con longitudes mayores de fibra. La mejor disgregación de la fibra recubierta, así como su inmediata incorporación y distribución individual en el seno de la matriz una vez que son inyectadas hacia el vórtice, disminuye de manera importante la introducción de oxígeno en el seno del metal y la posterior formación de óxidos.

Las piezas fabricadas por mezcla y colada en estado líquido con refuerzo sin recubrimiento a una velocidad de agitación de 400 r.p.m. (TFC12, TFC16 y SC17, se hicieron tres para constatar la repetitividad de los resultados), alcanzaron una carga de rotura y límite elástico notablemente superiores (10% y 25% respectivamente) a los correspondientes resultados obtenidos con la aleación agitada en las mismas condiciones (TFC13). Sin embargo, la deformación a rotura es también mucho menor, siendo de aproximadamente un 2% para los composites y 7,8% de media para el aluminio. De igual manera, se ha constatado un notable incremento de la presencia de óxidos y, por tanto, una menor carga de rotura (25%), límite elástico (15%) y deformación (60%), en la muestra fabricada en similares condiciones pero con una mayor velocidad de agitación (650 r.p.m.).

Como dato más importante a tener en cuenta en las piezas fabricadas por mezcla y colada en estado líquido, se ha de señalar el importante aumento en las propiedades mecánicas a tracción del material obtenido con refuerzo revestido de cobre. En este caso, no solamente se ha conseguido una carga de rotura y límite elástico sensiblemente superiores al composite obtenido con fibra sin recubrir (10 y 5% respectivamente), sino que también se han alcanzado unos valores de deformación a rotura cercanos al 2.5%.

Esto da una idea de que el recubrimiento de cobre no solamente mejora la mojabilidad y por tanto reduce la introducción de óxidos en el seno de la matriz, sino que reduce notablemente la formación de compuestos frágiles en la intercara fibra matriz ( $\text{Al}_4\text{C}_3$ ). Además, el compuesto frágil  $\text{Al}_2\text{Cu}$ , formado por reacción entre el cobre y el aluminio, se ha disuelto de manera efectiva durante el tratamiento térmico al que es sometido la pieza con posterioridad a su conformado, lo que se ha constatado en los estudios metalográficos.

Los composites fabricados por mezcla en estado semi-sólido y colada en estado líquido o semi-sólido (referencias TFC15 y TFC18 respectivamente) presentan unos valores de carga a rotura, límite elástico y deformación similares a sus correspondientes fabricadas en estado líquido. En este caso, no ha sido posible la obtención de probetas fabricadas con la menor velocidad de agitación (400 r.p.m.) ya que debido a la alta viscosidad alcanzada en la mezcla, no ha sido posible conseguir la fluidez necesaria en la mezcla para llevar a cabo la colada, quedando la mezcla semi-sólida completamente viscosa adherida a las paredes y fondo del crisol. Debido a ello, se fabricó una pieza de composite por compocasting (referencia TFC15), en la cual la mezcla y agitación se llevó a cabo en el estado semi-sólido pero se hizo la colada en estado líquido (rápido calentamiento hasta 973 K). En este caso, a diferencia de lo que ocurría con los composites fabricados en estado líquido, la mejora de las propiedades mecánicas en comparación con la aleación agitada en estado semi-sólido en las mismas condiciones no es evidente, sino que más bien permanecen invariables, con excepción de la lógica disminución de la deformación a rotura. En el caso de la probeta TFC18, la disminución de la carga a rotura y deformación es notable en comparación tanto con la aleación sin reforzar (TFC14) como con el material fabricado por compocasting, debido al efecto negativo de una mayor aparición de óxidos por el aumento de la velocidad de agitación. No obstante, la mejora de las propiedades mecánicas de los composites discontinuos siempre es más evidente a altas temperaturas, siendo habitual que a temperatura ambiente el composite discontinuo no aumente las prestaciones a tracción e incluso, en la mayoría de los casos, sean ligeramente inferiores.



La probeta de referencia TFC19, fabricada con fibra recubierta de cobre y con una velocidad de agitación de 650 r.p.m, muestra unos valores netamente superiores a la correspondiente fabricada con fibra desnuda (TFC18). En este caso, a pesar de que la pieza ha sido fabricada a 650 r.p.m, lo cual, como ha quedado patente, es significativamente negativo para las propiedades mecánicas, las propiedades alcanzadas son similares a las de la pieza de referencia TFC15, fabricada a una velocidad de agitación inferior (400 r.p.m.) y colada en estado líquido. Sin embargo, el hecho de que el revestimiento no haya sido completamente disuelto en la matriz (como se ha visto en el apartado anterior) ha podido influir decisivamente en que los valores alcanzados no hayan sido incluso superiores a los de la pieza TFC15, puesto que la intercara fibra-matriz podría debilitar la zona, haciendo de la misma una zona de nucleación y crecimiento de grietas preferente.

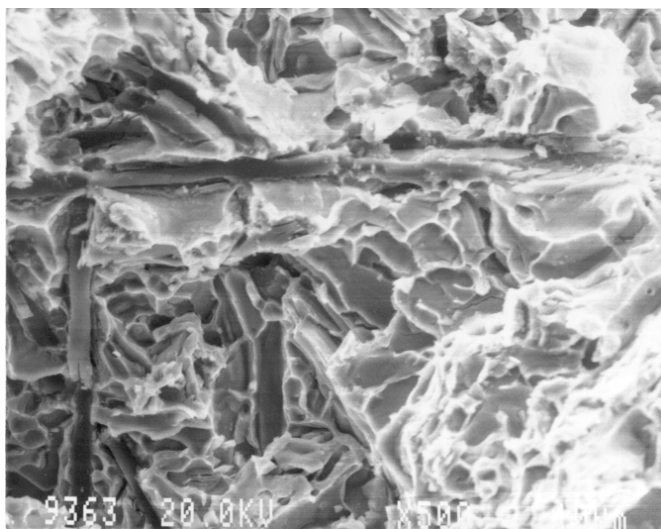
Si hacemos una comparación de los valores alcanzados en esta pieza (TFC19) con las propiedades obtenidas en la pieza SC16, fabricada también con fibra recubierta de cobre pero por mezcla en estado líquido, se puede ver una notable disminución de la carga a rotura y de la deformación, pero con unos valores de límite elástico similares. Ello podría ser debido a la mayor velocidad de agitación y, por tanto, al mayor contenido en óxidos. Sin embargo, en los ensayos de tracción no se ha constatado una mayor presencia de óxidos en las superficies de rotura, por lo que dicho fenómeno viene derivado de la incompleta disolución del revestimiento de cobre en la matriz, como se ha comentado anteriormente. Además, si atendemos a los datos expuestos en la tabla 4.4, correspondientes a la aleación agitada en estado líquido y semi-sólido (TFC13 y TFC14 respectivamente), vemos que la microestructura obtenida por agitación en estado semi-sólido conduce a unos valores de mayor resistencia a rotura y límite elástico, lo que no se corrobora en los datos obtenidos en los composites de fibra recubierta con cobre, confirmando por tanto la explicación anteriormente expuesta.

En cualquier caso, los valores de resistencia a tracción de probetas ensayadas a temperatura ambiente son, de forma general, muy superiores a los que se obtuvieron en la anterior etapa de la investigación. Ello pone de manifiesto la importancia de la longitud de fibra de partida, siendo necesarios unos parámetros de fabricación mucho

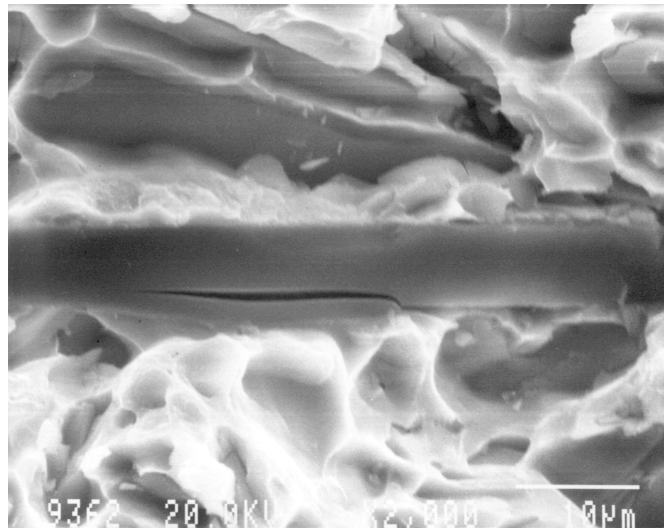
más extremos para introducir y distribuir la fibra uniformemente en la matriz a medida que la longitud es mayor, lo que deriva en la acusada disminución de las propiedades mecánicas de las piezas fabricadas.

Es importante resaltar que las muestras TFC13 y TFC14, correspondientes a la aleación de aluminio agitada en estado líquido y semi-sólido respectivamente, muestran unos valores de resistencia a tracción muy diferentes a los que se obtuvieron en las muestras fabricadas por colada por gravedad (ver capítulo 2) y a probetas obtenidas por conformado bajo presión (squeeze casting) de aleación de aluminio (como se verá en el apartado 4.3). Ello es debido a la influencia que el proceso de agitación tiene en la microestructura y no por una hipotética mayor presencia de óxidos provenientes de su introducción durante el proceso de agitación, ya que en estas piezas no se ha constatado ni metalográfica ni químicamente dicha presencia.

Se han hecho observaciones de la superficie de fractura en algunas de las probetas ensayadas de las muestras TFC15 y SC16. En el caso de la muestra TFC15 se ha comprobado mediante microscopía electrónica de barrido una rotura claramente frágil, con presencia de fibras completamente rotas en la superficie de fractura. En la figura 4.32 se puede ver la fractura frágil de dicha muestra con aparición de fibras rotas a la superficie, además de la presencia de un gran número de compuestos intermetálicos



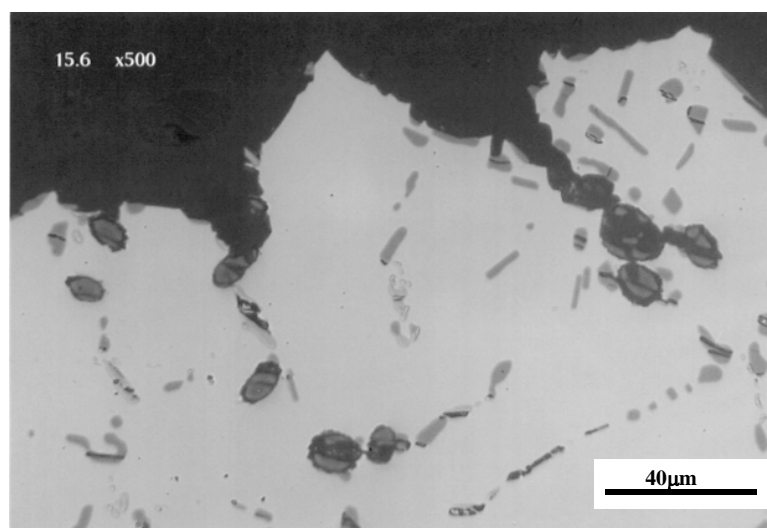
**Figura 4.32.-** *Aspecto de la superficie de fractura de la probeta TFC15.6, mostrando gran cantidad de fibras e intermetálicos fracturados.*



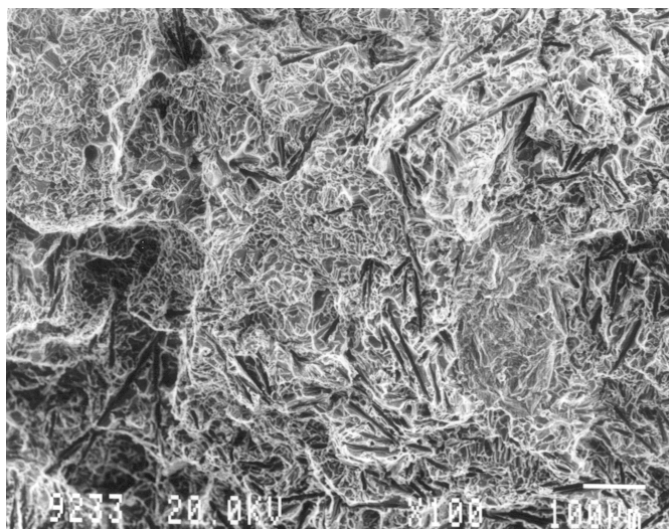
**Figura 4.33.-** Detalle de una fibra de carbono fracturada aflorando a la superficie de fractura de la muestra ensayada a tracción TFC15.6.

frágiles que presentan grietas. La siguiente figura 4.33 muestra un detalle de una de las fibras de carbono que afloran a la superficie con una fractura en dirección longitudinal al eje de la fibra.

La figura 4.34 muestra un corte transversal a la superficie de fractura en donde se puede observar una rotura generalizada no solo de las fibras que están en la superficie de fractura sino también las que están relativamente cercanas a la misma. Asimismo, es



**Figura 4.34.-** Corte transversal de la superficie de fractura de la muestra TFC15.6, evidenciando la fractura generalizada del refuerzo e intermetálicos en zona adyacente a la superficie de rotura.

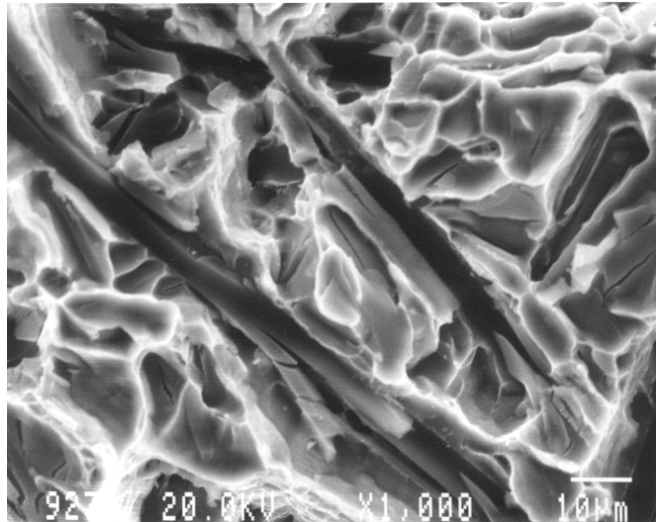


**Figura 4.35.-** *Aspecto general de la superficie de fractura de la muestra SC16.6. La fractura es frágil con alguna presencia de cavidades en la matriz.*

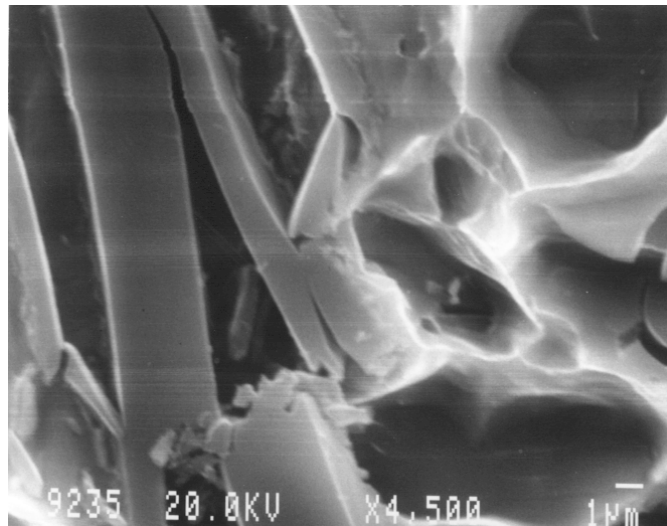
evidente que los compuestos intermetálicos han ayudado a la propagación de la grieta y fractura final puesto que gran parte de la fractura se lleva a cabo a través de ellos. De igual manera que las fibras de carbono, los compuestos intermetálicos cercanos a la superficie de fractura presentan gran cantidad de grietas, estando las mismas completamente aisladas las unas de las otras por el aluminio más dúctil.

El aspecto de la superficie de fractura de la muestra SC16.6, correspondiente a un composite fabricado con fibra recubierta, se puede observar en la figura 4.35. Aunque también corresponde a una rotura frágil, es evidente una cierta mayor ductilidad que la probeta anterior, presentando ciertas zonas con cavidades. La presencia de dichas cavidades, como no se presentan de manera generalizada, puede observarse mejor en las figuras 4.36 y 4.37, tomadas a mayores aumentos. En estas dos micrografías se puede observar, al igual que en la muestra anterior, la rotura generalizada de las fibras y de los compuestos intermetálicos que afloran a la superficie, pero con un mayor grado de ductilidad en la matriz, como es lógico si tenemos en cuenta los resultados de los ensayos de tracción.

De esta muestra también se hicieron cortes transversales para observar la zona adyacente a la superficie de fractura. La figura 4.38 corresponde a una visión general de la zona de fractura, donde se evidencia una muy pequeña deformación a rotura,

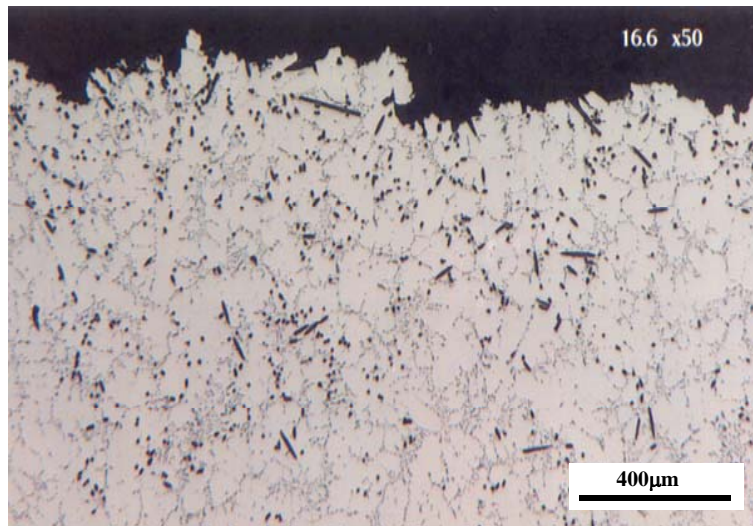


**Figura 4.36.-** Detalle de la superficie de fractura de la muestra SC16.6 en la que se puede ver la presencia de fibras y compuestos intermetálicos completamente fracturados.

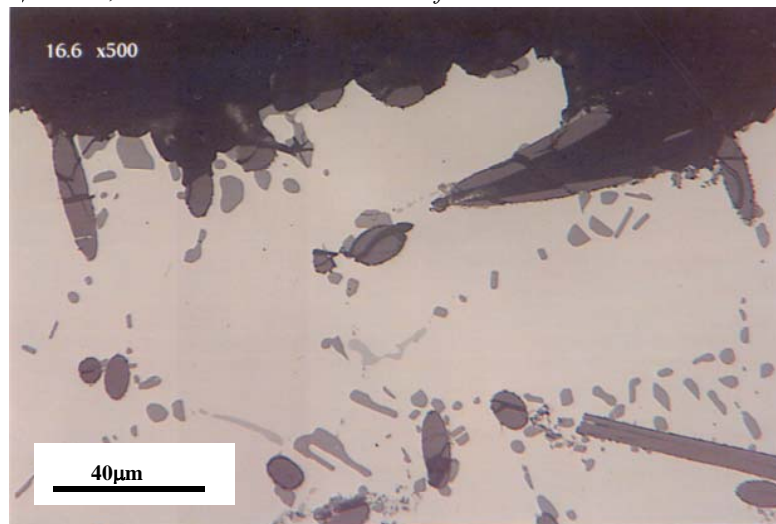


**Figura 4.37.-** Detalle de una fibra fracturada que aflora a la superficie así como cavidades dúctiles correspondientes a la matriz de aluminio.

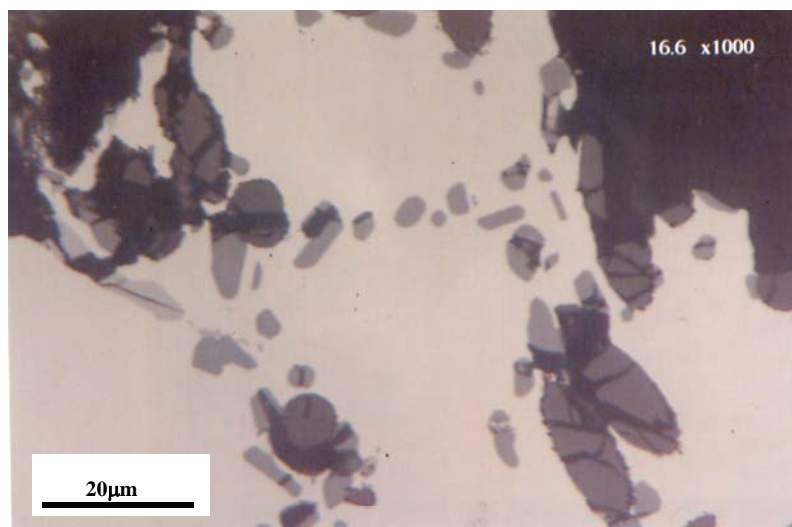
especialmente en el aluminio, donde no se observa deformación en las dendritas. Las figuras 4.39 y 4.40 corresponden a detalles de la zona de fractura y adyacentes, evidenciándose que la forma de fractura ha sido muy similar al caso anterior, es decir hay presencia de fibras completamente fracturadas tanto en la zona de fractura como en una cierta distancia cercana a la misma. La calidad de la unión entre la fibra y la matriz es muy buena como lo demuestra el hecho de que la fibra se fractura pero no se desune de la matriz.



**Figura 4.38.-** *Aspecto general del área adyacente a la superficie de fractura, mostrando una inexistente deformación en la matriz.*



**Figura 4.39.-** *Detalle de la fractura y zona inferior de la muestra SC16.6.*



**Figura 4.40.-** *Detalle de la fractura y zona inferior de la muestra SC16.6.*

En la figura 4.40 se muestra un detalle en el que se puede observar que la fractura

progresar a través de fibras rotas y compuestos intermetálicos y no a través de la intercara fibra-matriz.

Por último, se hicieron ensayos de tracción a alta temperatura (473 K) con probetas obtenidas de la muestra SC16, dado que en ella se han alcanzado las mejores prestaciones mecánicas a temperatura ambiente de todos los composites fabricados. La tabla 4.5 muestra los resultados de dichos ensayos.

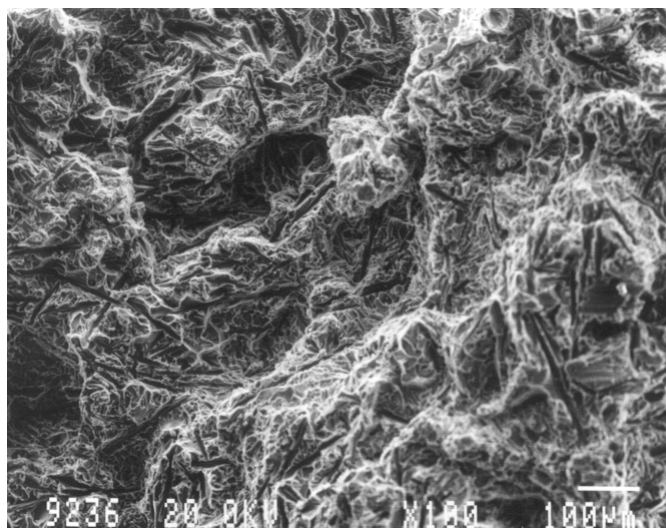
Fibra	Ref.	Rec.	Anchura (mm)	Espesor (mm)	Area (mm <sup>2</sup> )	L.E. (0.1%) (MPa)	L.E. (0.2%) (MPa)	Resist. (MPa)	Defor. (%)	Módulo (GPa)
HM	SC 16.2	Cu	5.92	4.96	29.36	194.9	210.3	249	1.93	85
	SC 16.4	Cu	6.01	4.95	29.75	155.0	187.6	250	3.00	81

**Tabla 4.5.-** Resultados de los ensayos a tracción a 473 K de la muestra SC16 fabricada con fibra recubierta de cobre.

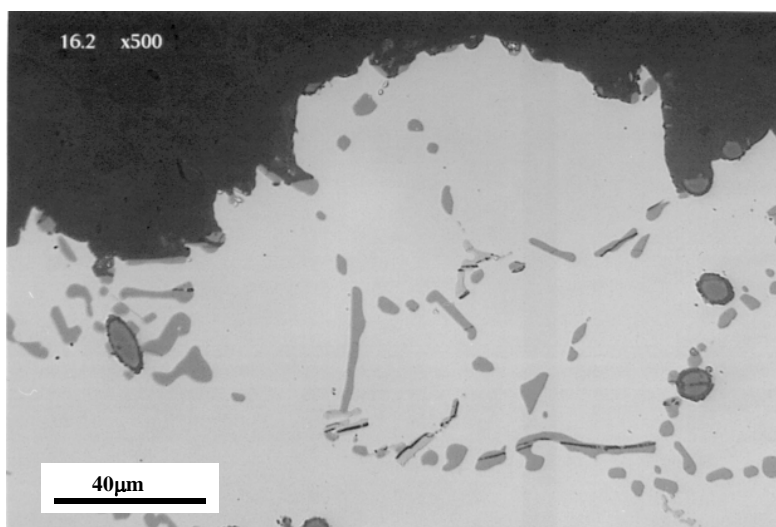
La reducción de la carga a rotura del composite en comparación con los datos obtenidos a temperatura ambiente ha sido inferior al 16%, mientras que la temperatura del ensayo ejerce una menor influencia sobre el límite elástico, reduciéndose solamente en un 12%. Si comparamos estos valores de reducción de las propiedades mecánicas con los experimentados con el aluminio sin reforzar, podemos comprobar que a medida que la temperatura es superior, la mejora de las propiedades debido a la adición del refuerzo es cada vez mas patente, ya que el propio refuerzo actúa como anclaje de la matriz a altas temperaturas, impidiendo la deformación de la matriz y, por tanto, manteniendo las propiedades hasta temperaturas sensiblemente mas altas que en el aluminio sin reforzar. En datos obtenidos en handbooks<sup>32</sup>, se puede comprobar que para la aleación AS7G06 ensayada a 473 K es típica una reducción del 30% de la carga a rotura y del 16% en el límite elástico. Con el fin de hacer una comparación, también se hicieron ensayos de tracción de probetas de aluminio sin reforzar conformado por forja líquida o squeeze casting, los cuales se presentaran en detalle en el apartado 4.3 de la presente memoria. En estas probetas se ha experimentado una reducción de la carga a rotura de alrededor del 30% (depende también de las condiciones de fabricación, como se verá en el próximo apartado) y una reducción del límite elástico entre el 15 y el 20%, lo cual es muy similar a los datos presentados en manuales de ingeniería (handbooks). Por otra parte, la deformación a rotura se mantiene en niveles bastante bajos (una media del 2.5%) lo cual es un dato muy importante para aquellas aplicaciones que necesitan una

elevada estabilidad dimensional que trabajan a altas temperaturas. En el próximo apartado 4.3 se hará un más detallado análisis de las propiedades a altas temperaturas en comparación con los composites.

La figura 4.41 muestra el aspecto general de la superficie de fractura de la probeta de referencia SC16.2, ensayada a 473 K, evidenciándose una mayor deformación a rotura que las muestras ensayadas a temperatura ambiente. De nuevo, la fractura es básicamente frágil, con presencia de gran cantidad de fibras y compuestos intermetálicos fracturados en la superficie. La figura 4.42, correspondiente al corte transversal, muestra de nuevo la fractura de los compuestos intermetálicos y fibras cercanas a la superficie de fractura.



**Figura 4.41.-** Superficie de fractura de la muestra SC16.2 ensayada a tracción a 473 K.



**Figura 4.42.-** Sección transversal a la dirección de rotura con presencia de intermetálicos y fibras fracturadas.



#### 4.2.2.4.- Influencia de los Parámetros de Proceso

Como se señaló en el capítulo 3 de la presente memoria, entre el gran número de parámetros de fabricación se hizo una selección de los que se consideraron más importantes en cuanto a su influencia en la calidad de los composites fabricados, siendo los mismos: *temperatura de la aleación (T)*, *tiempo de adición y agitación (t)*, *velocidad de agitación (V)*, *altura del agitador en el crisol (h)* y *precalentamiento del refuerzo (Pr)*.

No obstante, después de analizar los resultados obtenidos en la primera etapa de fabricación de composites con fibra de 6 mm, se ha comprobado claramente que tanto la posición del agitador en el crisol (**h**) como el precalentamiento del refuerzo no tienen una clara influencia en la calidad del material fabricado, especialmente en la presente investigación, llevada a cabo en un equipo de laboratorio con un crisol de reducidas dimensiones. Probablemente, en una hipotética producción industrial, el parámetro de posición del agitador dentro de un crisol de dimensiones muy superiores debería ser estudiado con una mayor profundidad. En la presente investigación se han fijado ambos parámetros, siendo la posición del agitador de 5 mm por encima de la base del crisol, mientras que la fibra no ha sido precalentada sino que se ha añadido a la temperatura ambiente.

Por otro lado, dado que el tiempo en contacto entre el metal fundido y la fibra de carbono juega un papel fundamental en la formación de compuestos de reacción, además de ser un parámetro a minimizar con el fin de reducir costos de fabricación, se ha intentado utilizar un valor constante, que fuera el menor posible, para este parámetro. Además de la extensión de la reacción fibra-matriz, el tiempo de adición y mezcla de fibra solamente puede tener influencia en una mejor, ó más homogénea, distribución del refuerzo dentro del aluminio. Por ello, si fuera posible conseguir una homogénea distribución del refuerzo dentro de la matriz al tiempo definido como fijo en las experiencias, no sería necesario hacer un estudio de su influencia, sino que sería un parámetro siempre a minimizar. Dado que se ha obtenido una distribución homogénea del refuerzo en todas las piezas de composite fabricadas con el tiempo fijado a 33

minutos, y que no ha sido posible hacer una adición y mezcla (durante 15 minutos) en un tiempo sensiblemente inferior, se ha considerado que este parámetro es el óptimo para conseguir unos composites de buena calidad, con la menor reactividad fibra-matriz posible.

De los resultados de los ensayos de tracción y observaciones metalográficas anteriormente expuestas se han hecho un buen número de comentarios en los que se ha señalado la importancia de los diferentes parámetros de cada experiencia y su influencia en las propiedades de los materiales fabricados. No obstante, en adelante se establecerá una discusión de dichos resultados:

a) Efecto de la temperatura de proceso

En la presente investigación se han utilizado las tres técnicas de procesado de composites denominadas “*rheocasting*” (mezcla y colada en estado semi-sólido), “*compocasting*” (mezcla en semi-sólido y colada en líquido) y “*stir-casting*” (mezcla y colada en líquido), con el fin de comprobar el efecto de cada una de las técnicas en la calidad del material obtenido.

En la literatura hay una gran cantidad de referencias (ver capítulo 1) de trabajos realizados en fabricación de materiales compuestos mediante las técnicas anteriormente expuestas. Sin embargo, pocos de ellos están dedicados a la adición de refuerzo en forma de fibras cortas y, aún menos están centrados en la adición de fibras cortas de carbono. Ghosh y colaboradores<sup>4</sup>, sugieren que la adición de partículas (no fibras) a un metal debería realizarse en el estado semi-sólido, puesto que observan que una gran cantidad de partículas no son retenidas en el metal cuando trabajan en el estado líquido, incluso a temperaturas ligeramente superiores a la temperatura liquidus de la aleación. Asimismo, en el trabajo realizado por Cruz<sup>5</sup> en la fabricación de composites de zamak reforzados con partículas de carbono, también experimentan una mala distribución del refuerzo e incluso su rechazo por el zinc fundido cuando se trabaja a temperaturas superiores a las del metal líquido. Ello se puede explicar principalmente por el hecho de que las partículas de fase sólida

rodean al refuerzo y lo mantienen en suspensión un mayor tiempo<sup>3</sup>, promoviendo, al mismo tiempo, una mejor separación efectiva de las partículas que han sido añadidas en pequeños aglomerados, debido al efecto de cortadura que se provoca en diferentes partes del fundido agitado<sup>6</sup>.

*Sin embargo, en la presente investigación, llevada a cabo con fibras cortas de carbono, no se ha observado un beneficio especial por trabajar en estado semi-sólido, sino que, haciendo la adición a igual temperatura y manteniendo la agitación durante el mismo tiempo, no se ha producido ningún rechazo de las fibras, ni flotación del refuerzo hacia la zona superior del caldo.* En todos los casos, tanto en las piezas fabricadas por rheocasting como por stir-casting, la distribución del refuerzo ha sido prácticamente la misma, es decir homogénea y sin presencia de grandes acumulaciones de fibras. Por ello, se puede concluir que, desde el punto de vista de adición del refuerzo y mantenimiento del mismo en el seno de la matriz, no existe beneficio alguno por trabajar en el estado semi-sólido, a diferencia de lo que ocurre con el refuerzo en forma de partículas. La diferencia encontrada en el comportamiento al rechazo del refuerzo al realizar la adición en el estado líquido, en comparación con las partículas, puede ser debida al diferente factor de forma (relación de longitud a diámetro) y al impedimento físico que unas fibras realizan sobre las adyacentes en su intento de ascender hacia la superficie. Por lo tanto, la adición del refuerzo cuando la matriz está en estado semi-sólido no es un factor absolutamente imprescindible cuando se trata de añadir fibras cortas, ni siquiera aconsejable si atendemos a lo que en adelante se expondrá.

Un efecto negativo muy importante a tener en cuenta cuando se trata de añadir fibras cortas a un metal líquido (o semi-sólido), es el notable aumento de la viscosidad de la mezcla, siendo dicho incremento mucho más acusado que en el caso de las partículas, tal como se ha señalado en el anterior apartado 4.2.1. Debido a ello, cuando se realiza la adición en el estado semi-sólido, a muy bajas adiciones de fibra la viscosidad es muy elevada, lo cual dificulta en gran medida, y a veces impide, la adición de una mayor cantidad de refuerzo. De hecho, para el caso concreto en el que estamos trabajando, ha sido completamente imposible hacer la adición y colada del

composite a velocidades de agitación menores de 650 r.p.m, teniendo que acudir a un rápido aumento de la temperatura para realizar la colada (proceso compocasting) cuando se utiliza una menor velocidad de agitación (400 r.p.m).

Si atendemos a los resultados obtenidos en los ensayos a tracción, vemos que la agitación en estado semi-sólido da lugar a un material con propiedades algo mayores que si se agita en estado líquido. Sin embargo, cuando se trata de composites, no se puede apreciar tal diferencia, con excepción de aquellas muestras fabricadas con fibra recubierta de cobre, en el cual han entrado a jugar otros factores añadidos, tales como la mayor velocidad de agitación y la no completa disolución del revestimiento de cobre durante el proceso de fabricación.

Por tanto, como consecuencia de los resultados obtenidos tanto en los ensayos mecánicos como en las observaciones metalográficas, se puede decir que una temperatura de 913 K, es decir ligeramente por encima de la temperatura liquidus para la presente aleación, puede considerarse como la más adecuada en el presente sistema, dando lugar a composites de igual homogeneidad en la distribución del refuerzo e iguales o mayores propiedades mecánicas, a la vez que haciendo mucho más sencillo el proceso de adición del refuerzo.

b) Efecto de la velocidad de agitación

Tal y como se ha señalado en anteriores apartados, la velocidad de agitación del metal es uno de los factores claves en la presente investigación, ya que tiene una gran influencia tanto en la distribución del refuerzo en el seno de la matriz, como en la microestructura de la matriz metálica y, sobre todo, en la inclusión de óxidos y atrape de gases en el seno de la matriz, así como la rotura de fibras durante el proceso, lo que ha sido tratado anteriormente.

En el caso de la distribución del refuerzo, se ha podido comprobar que tanto la utilización de 400 como 650 r.p.m. da lugar a composites con una distribución del refuerzo lo suficientemente homogénea como para ser considerada óptima. Quizás

una velocidad de agitación inferior hubiera dado lugar a composites de peor distribución del refuerzo, pero se ha comprobado que a velocidades inferiores a 400 r.p.m. no se ha conseguido añadir una cantidad razonable de refuerzo a la matriz (5%v). De los resultados obtenidos se puede concluir que la homogénea distribución del refuerzo en el seno de la matriz está más influenciada por el tipo de refuerzo añadido (en nuestro caso tiene gran influencia la longitud, como se ha puesto de manifiesto), la manera de añadir las fibras y la mejora de la mojabilidad del refuerzo mediante la utilización de revestimientos (como el de cobre en la presente investigación), que por la velocidad de agitación utilizada (debiendo ser ésta al menos la mínima para conseguir añadir una cantidad importante a la matriz).

La influencia que la velocidad de agitación tiene sobre la microestructura de la aleación tiene una especial importancia cuando se trata de agitación en el estado semi-sólido. Hay un gran número de publicaciones que ponen de manifiesto el cambio microestructural de una aleación en estado semi-sólido durante su agitación, por fragmentación de la estructura dendrítica para pasar a una estructura tipo roseta y finalmente a una estructura globular<sup>7,8,9</sup>. La microestructura de dichas aleaciones es función tanto de la velocidad de cortadura (de agitación), el tiempo de agitación y la fracción de partículas de fase sólida (temperatura). La aleación de la presente investigación muestra un comportamiento tixotrópico durante la agitación en el estado semi-sólido, siendo posible disminuir la viscosidad de la aleación cuando se aplica la agitación, como ya han observado otros autores<sup>10</sup>. Sin embargo, no ha sido posible conseguir la fluidez necesaria para llevar a cabo la colada de la mezcla aluminio-fibra corta de carbono a una velocidad de 400 r.p.m, siendo necesario aumentar dicha velocidad hasta 650 r.p.m, o aumentar la temperatura hasta 973 K para llevar a cabo la colada.

El efecto más importante, el cual ha sido determinante en la presente investigación, ha sido el mayor atrape de óxidos e inclusión de gases debido a la mayor velocidad de agitación. Las mismas observaciones las han hecho otros autores<sup>11,12</sup> en la fabricación de composites reforzados con partículas por rheocasting, obteniendo un

mucho mayor nivel de porosidad (ellos no utilizaban el proceso de colada bajo presión) y atrape de gases a medida que la velocidad de agitación era mayor.

De los resultados de los ensayos de tracción expuestos anteriormente, así como de la observación de la superficie de fractura, se puede comprobar una clara tendencia a la disminución de las propiedades mecánicas y, sobre todo, de la ductilidad, así como una mayor presencia de óxidos e inclusiones en la superficie de fractura. La influencia que dicha presencia de óxidos ejerce sobre las propiedades de los materiales fabricados es, con mucho, más importante que la influencia de la velocidad de agitación puede tener en la microestructura de la aleación y en la distribución del refuerzo. Por tanto, ya que la menor velocidad de agitación ha conducido a materiales con mejor calidad metalúrgica y mayores propiedades mecánicas, podemos concluir que la velocidad de agitación óptima para la fabricación de composites ha sido la de 400 r.p.m.

Como resumen podemos decir que, independientemente de que se utilice fibra de carbono con revestimiento de cobre, lo que ha quedado demostrado que actúa de manera beneficiosa en la calidad del material final, los parámetros de fabricación óptimos son los siguientes:

- Temperatura del metal durante la adición y mezcla = 913 K
- Velocidad de agitación = 400 r.p.m.
- Tiempo de adición y mezcla del refuerzo = 33 minutos
- Altura de agitador dentro del crisol de 5 mm.
- Refuerzo sin precalentamiento

Es importante que la colada y consolidación de la pieza se haga en el menor tiempo posible, puesto que de otra manera el refuerzo flotará hacia las partes superiores de la pieza. Así, un proceso de conformado por gravedad (ya sea colada en molde de arena o metálico) podría dar lugar a piezas con el refuerzo distribuido de manera no homogénea, mientras que un proceso de conformado bajo presión, ya sea el “squeeze casting” utilizado en la presente investigación, inyección, baja presión, u otro proceso de

solidificación acelerada, será capaz de dar lugar a piezas con homogénea distribución del refuerzo.

#### **4.2.2.5.- Conclusiones sobre los Resultados Obtenidos**

De los resultados obtenidos en la fabricación de composites por mezcla en estado líquido y semi-sólido se pueden resaltar las siguientes conclusiones principales:

- La disminución de la longitud de fibra de partida ha permitido llevar a cabo un proceso de adición y mezcla del refuerzo en la matriz mucho más sencillo y rápido, con la utilización de unos parámetros de fabricación mucho menos severos, lo que ha dado lugar a la obtención de materiales con mejores prestaciones mecánicas.
- La longitud final de fibra después del proceso de fabricación no difiere en gran medida de la longitud final de fibra obtenida con fibra de carbono de mayor longitud, lo que a su vez es muy superior a la longitud de fibra crítica para el sistema fibra-matriz considerado.
- La menor longitud de fibra de partida ha dado lugar a una mayor tendencia a la flotación durante la solidificación de la mezcla. No obstante, el fenómeno no ha sido muy severo, pudiéndose ser mejorado con un eficiente control del tiempo transcurrido desde la parada de la agitación hasta su colada y consolidación o, incluso, mediante el diseño de un sistema de colada por el fondo del crisol.
- El fenómeno de aparición de acumulaciones fibrosas es mucho menos acusado que en anteriores probetas.
- El arrastre de óxidos hacia el interior de la mezcla así como la formación de espinelas por reacción con el magnesio presente en la aleación no ha sido extensiva.
- No se han observado productos de reacción en la intercara fibra-matriz de muestras fabricadas en estado semi-sólido con fibras desnudas y recubiertas de cobre. Asimismo, tanto el reducido tiempo de contacto fibra-matriz en estado líquido como el contenido en silicio de la matriz han hecho que la reactividad no fuera muy acusada en composites fabricados en el estado líquido. En este caso, el revestimiento de cobre ha jugado también un papel protector.

- El revestimiento de cobre en la superficie de las fibras de carbono ha jugado un papel decisivo en la mejora de propiedades de los composites fabricados. La mejora de la mojabilidad ha permitido una mejor adición de la fibra, dando lugar a composites con menor contenido en óxidos, más homogénea distribución del refuerzo y menor degradación de las propiedades de la fibra por reacción con la matriz
- La alta viscosidad que la adición de fibras confiere a la matriz, ha hecho imposible llevar a cabo correctamente la colada de una mezcla en estado semi-sólido agitada a menos de 650 r.p.m.
- Se han optimizado los parámetros del proceso de fabricación en:  $T^a_{metal} = 913\text{ K}$ ;  $V_{agit.} = 400\text{ r.p.m.}$ ;  $tiempo\ proceso = 33\text{ min.}$ ;  $posición\ agitador = 5\text{ mm por encima de la base del crisol}$ ;  $T^a_{refuerzo} = T^a_{ambiente}$
- Se ha observado una mejora de las propiedades mecánicas (carga de rotura y límite elástico) de composites a los que se añadió fibra recubierta con cobre, en comparación con aquellos fabricados con fibra sin recubrir y con el aluminio procesado en las mismas condiciones de agitación. Asimismo, se ha comprobado un mejor comportamiento mecánico en aquellas piezas fabricadas en estado líquido.
- Ensayos de tracción a 473 K confirman el papel cada vez más positivo que tiene el refuerzo a medida que se aumenta la temperatura en servicio del componente. La reducción de propiedades a tales temperaturas es muy inferior a lo experimentado por aleaciones de aluminio no reforzadas. El efecto sería mucho más acusado a mayores temperaturas.
- Estudios fractográficos demuestran que la fractura es frágil y la grieta progresa a través de las fibras e intermetálicos, quedando las fibras completamente rotas en las zonas adyacentes a la superficie de fractura. Esto también demuestra la buena calidad de la intercara fibra-matriz, no observándose fenómenos de “pull-out” o desunión fibra-matriz durante el ensayo.



### 4.3.- FABRICACIÓN POR INFILTRACIÓN BAJO PRESIÓN DE PREFORMAS

Las condiciones en que los composites fueron fabricados por el método de infiltración bajo presión de preformas cerámicas porosas han sido anteriormente señalados en el capítulo 3 de la presente tesis. Se utilizaron, con el fin de comprobar su hipotética influencia en las propiedades de los materiales fabricados, dos tipos de ligantes ( $\text{SiO}_2$  y  $\text{NaSiO}_3$ ) y diferentes parámetros de infiltración de dichas preformas (temperatura de infiltración y presión ejercida). La figura 4.43 muestra una preforma de fibra de carbono recubierta con cobre preparada para su infiltración.

De la misma manera que en el anterior método de fabricación, se evaluó la influencia del revestimiento de cobre en las propiedades mecánicas y a desgaste. Asimismo, se fabricaron probetas para ensayos a tracción y desgaste de composites fabricados con fibra de alta resistencia de 1 mm de longitud para establecer comparaciones con los composites fabricados durante toda la presente investigación con fibra de alto módulo.

Las piezas fabricadas fueron ensayadas a tracción a temperatura ambiente, alta temperatura y a desgaste, tanto en su parte correspondiente al composite como en la parte sin refuerzo.



**Figura 4.43.-** Preforma rígida porosa de fibras de carbono recubiertas con cobre.

De algunas de las piezas fabricadas se han evaluado las propiedades de la aleación sin reforzar, es decir de aquella zona situada por encima de la preforma de fibras, realizándose ensayos de tracción a temperatura ambiente y alta temperatura, así como ensayos de desgaste, para llevar a cabo la comparación correspondiente con los composites.

#### **4.3.1.- Características Generales de los Composites Fabricados**

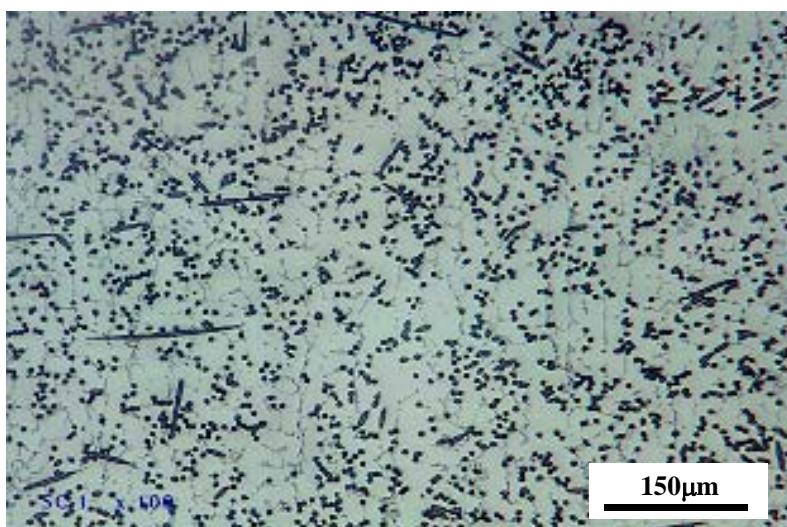
Todas las preformas fabricadas han sido infiltradas satisfactoriamente, independientemente de los parámetros de fabricación utilizados en la presente investigación (temperatura de colada del metal líquido o presión ejercida sobre el metal). Es importante resaltar que la preforma, antes de ser infiltrada, debe ser precalentada hasta una temperatura similar a la del metal líquido. En caso contrario, cuando se hace la colada, el metal puede solidificar sobre la preforma y no infiltrar la misma cuando se aplica la presión. Como se ha señalado en el anterior capítulo, el proceso de calentamiento de la preforma se lleva a cabo en una mufla (con atmósfera de argón) a 973 K durante diez minutos, siendo introducida posteriormente en el molde situado en la prensa hidráulica para su infiltración. Todo el proceso de extracción de la preforma de la mufla, su introducción en el molde, colada del metal líquido sobre la misma y aplicación de la preforma, debe realizarse en el menor tiempo posible, ya que la preforma, por ser un sólido poroso, se enfría a una velocidad vertiginosa.

Con el fin de hacer una estimación real del tiempo máximo al que debe realizarse dicha operación, se midió la velocidad de enfriamiento de la preforma una vez que esta se saca de la mufla. Para ello, se introdujo un hilo de termopar en el interior de la preforma, conectado a un registrador de temperatura. Se hizo la operación de extracción de la preforma de la mufla y se registró la evolución de la temperatura en los 20 segundos posteriores, obteniéndose una velocidad de enfriamiento de aproximadamente 5 K/segundo. Esta velocidad de enfriamiento obliga a llevar a cabo el proceso de extracción de la preforma, introducción en el molde e infiltración en un tiempo menor a 20 segundos, lo cual ha sido llevado a cabo sin problemas durante la presente

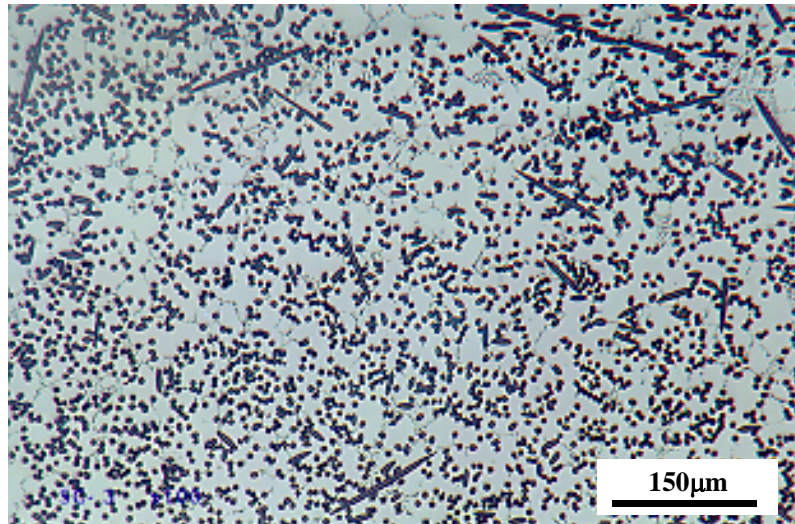
investigación (se ha conseguido llevar a cabo dicha infiltración en alrededor de 15 segundos).

No obstante, como se verá más adelante en el presente capítulo, debido a los problemas de oxidación del revestimiento de cobre en aquellas preformas fabricadas con fibra recubierta de cobre, se intentó minimizar al máximo dicha temperatura de precalentamiento, lo que dio lugar a la obtención de preformas no completamente infiltradas.

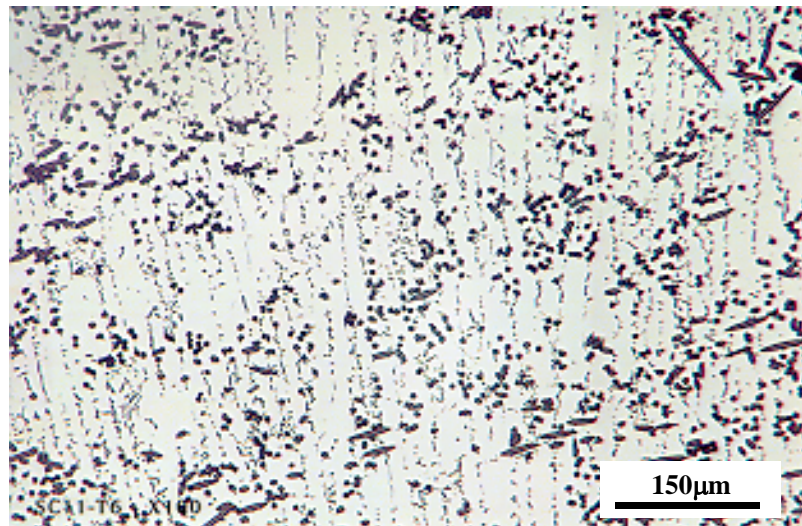
La homogeneidad en la distribución del refuerzo en todas las muestras fabricadas ha sido bastante buena, con excepción de aquellas muestras en las que la preforma fue fabricada con fibra larga (referencia SC2). Las figuras 4.44 y 4.45 corresponden a las muestras SC1 y SC13, fabricadas bajo las mismas condiciones de infiltración, en las que se muestra una completa infiltración y similar homogeneidad en la distribución del refuerzo, a pesar de que las preformas tenían diferente cantidad de fibras (24 y 66 gramos respectivamente) y por tanto distinto espesor de preforma a infiltrar. Ambas micrografías se tomaron en las muestras antes de llevar a cabo el tratamiento térmico. Sin embargo la figura 4.46, tomada en la muestra SC1 después de llevar a cabo el tratamiento térmico, muestra, de nuevo, que las dendritas tienen un crecimiento preferencial en la dirección de la aplicación de presión, como ocurría en la figura 4.21



**Figura 4.44.-** Detalle general de la completa infiltración de la preforma y homogénea distribución del refuerzo en la muestra de referencia SC1.



**Figura 4.45.-** *Detalle general de la completa infiltración de la preforma y homogénea distribución del refuerzo en la muestra de referencia SC3.*

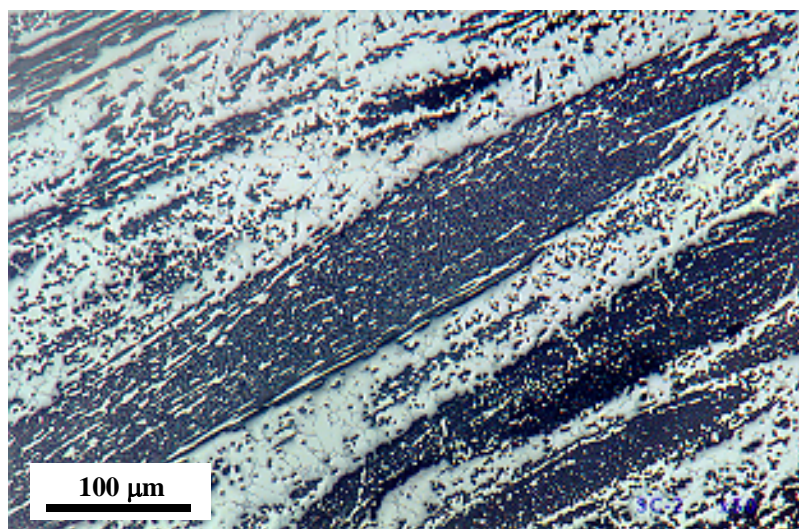


**Figura 4.46.-** *Direccionalidad en el crecimiento de las dendritas en la muestra SC3 tratada térmicamente (T6).*

correspondiente a un aluminio no reforzado, agitado en el estado líquido, y conformado por colada bajo presión (squeeze casting).

A diferencia de las muestras en las que la preforma se fabricó con fibra de longitud menor a 0.5 mm, la muestra de referencia SC2, fabricada con fibra de longitud 6 mm, presenta una microestructura con una muy irregular distribución de refuerzo, con presencia de agrupaciones fibrosas, como muestra la figura 4.47. Aunque la preforma ha sido completamente infiltrada por el aluminio, gran cantidad de fibras del interior de las acumulaciones fibrosas permanece en contacto, lo que, como se ha comentado anteriormente, tiene un efecto perjudicial en la nucleación y propagación de grietas





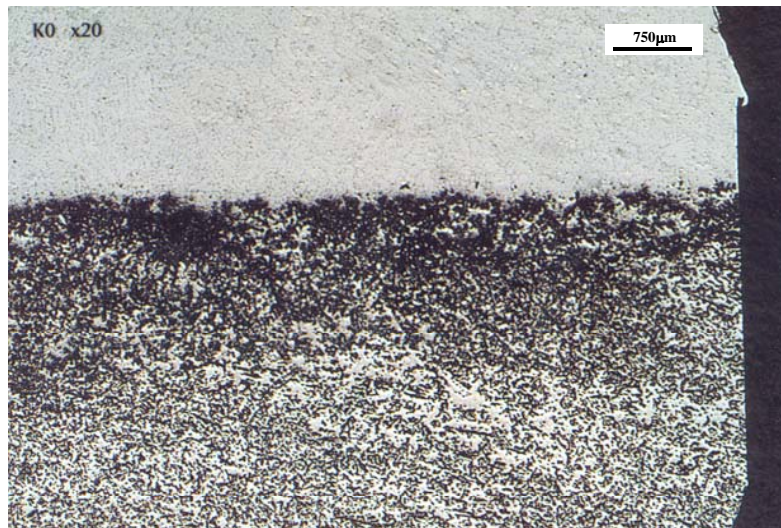
**Figura 4.47.-** Aspecto general de la microestructura de la muestra de referencia SC2 fabricada con fibra de carbono de 6 mm de longitud.

durante al aplicación de carga en ensayos mecánicos. La presencia de estas acumulaciones fibrosas, al igual que sucedía cuando se añade fibra de la misma longitud al aluminio (ver anteriores apartados), tiene lugar por la dificultad de manejo de fibras de tal longitud, las cuales, una vez que se elimina el ensimaje procedente de fabrica, tienden a enmarañarse físicamente, formando agrupaciones que no se pueden disgregar de ninguna manera. Así, durante la fabricación de la preforma, cuando la fibra se introduce en la disolución de agua y ligante, ésta permanece en agrupaciones fibrosas, las cuales se reproducen dentro de la preforma y, posteriormente, en el composite fabricado.

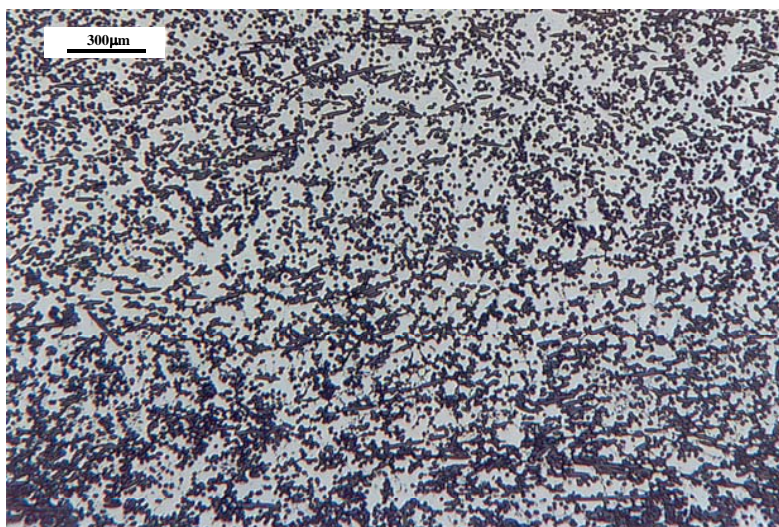
Uno de los principales problemas derivados del proceso de fabricación de preformas es, en ocasiones, la excesiva presencia de ligante tanto en su parte inferior como superior, lo que reduce en gran medida las propiedades mecánicas finales del material fabricado. Con el fin de evitar dichas acumulaciones, el uso del ligante se minimizó al máximo. La cantidad utilizada, tanto de  $\text{SiO}_2$  coloidal como  $\text{NaSiO}_3$ , ha sido la suficiente para conseguir que las preformas fuesen lo suficientemente rígidas como para ser infiltradas sin que sufrieran deformación. Se ha comprobado experimentalmente que el silicato sódico consigue dar una rigidez a las preformas superior a lo que es capaz de conferir la sílice coloidal. Así, para obtener preformas de similar rigidez, ha sido necesario utilizar el doble de sílice que de silicato sódico (50 a 100 gramos por preforma).

Las figuras 4.48 y 4.49 muestran la parte superior e inferior de dos preformas infiltradas por aluminio en las cuales se comprobó una presencia excesiva de ligante en la parte superior e inferior respectivamente. La presencia de ligante, por ser una acumulación de un producto indeseable, ha de evitarse en la medida de lo posible, y ello ha de hacerse durante el proceso de fabricación de la preforma. No obstante, la presencia de dicho ligante no se puede eliminar por completo, puesto que de otra manera no se conseguiría la rigidez deseada en la preforma.

Un detalle de la zona donde se acumula el ligante puede observarse en la figura 4.50,

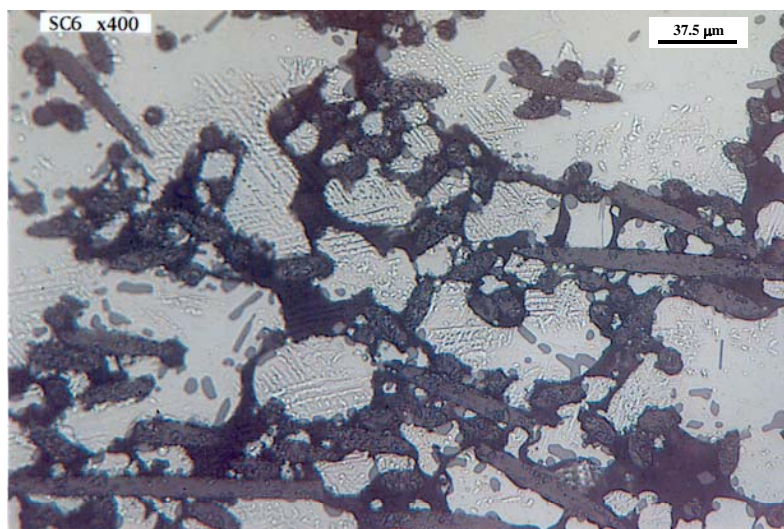


**Figura 4.48.-** Presencia de ligante  $\text{NaSiO}_3$  retenido en la parte superior de la pieza de referencia K0.



**Figura 4.49.-** Ligante  $\text{NaSiO}_3$  retenido en la parte inferior de la preforma de la pieza de referencia SC6.

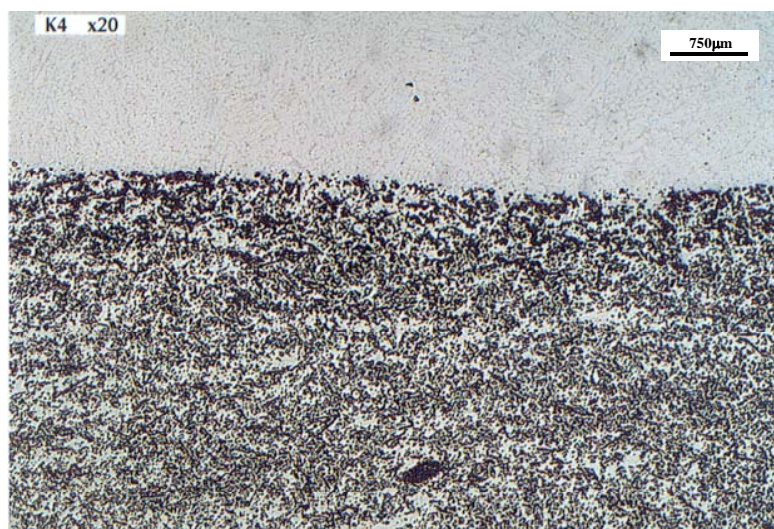




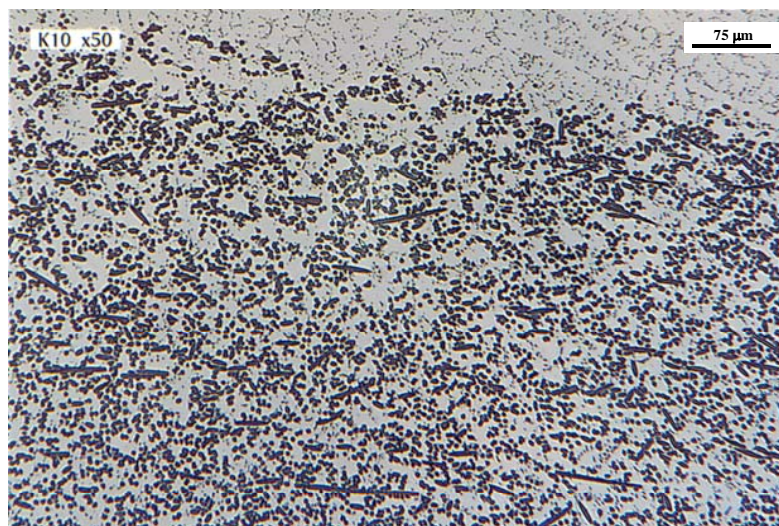
**Figura 4.50.-** Detalle de la zona de retención del ligante en la zona inferior de la muestra de referencia SC6.

con zonas de silicato sódico formando una especie de red que une todas las fibras de carbono. La presencia del ligante también tiene reflejo en la microestructura del aluminio, con la presencia de formaciones dendríticas por reacción del metal líquido con el compuesto inorgánico.

Para evitar dichas acumulaciones indeseables de ligante, durante el proceso de conformado de la preforma, es decir, cuando la mezcla fibra+agua+ligante es colada en el molde, la eliminación de la mezcla agua+ligante debe realizarse con la ayuda de una bomba de vacío, con el fin de extraer lo mejor posible no solo el ligante de las partes externas de la preforma sino también del interior. Posteriormente, cuando a la preforma se le aplica la carga de 700-1000 Kg, el proceso también debe estar asistido por una succión en vacío, que efectúe una completa extracción de todo el ligante y agua, los cuales, debido a la aplicación de presión, se acumulan en las partes externas de la preforma. En caso de que no se aplique succión al mismo tiempo que presión, el ligante queda retenido preferentemente en las partes externas de la preforma, sin eliminarse por completo. Llevando a cabo las etapas referidas durante la fabricación de la preforma, se consigue una menor retención del ligante. Una muestra de ello queda patente en las figuras 4.51 y 4.52 correspondientes a las muestras de referencia K4 y K10 respectivamente. En la primera de dichas figuras se puede observar una menor presencia de ligante, aunque en ciertas ocasiones se puede contemplar pequeñas acumulaciones de



**Figura 4.51.-** Zona superior de la preforma en la muestra K4, mostrando menor cantidad de ligante retenido.



**Figura 4.52.-** Ausencia de ligante retenido en la zona superior de la preforma en la muestra de referencia K10.

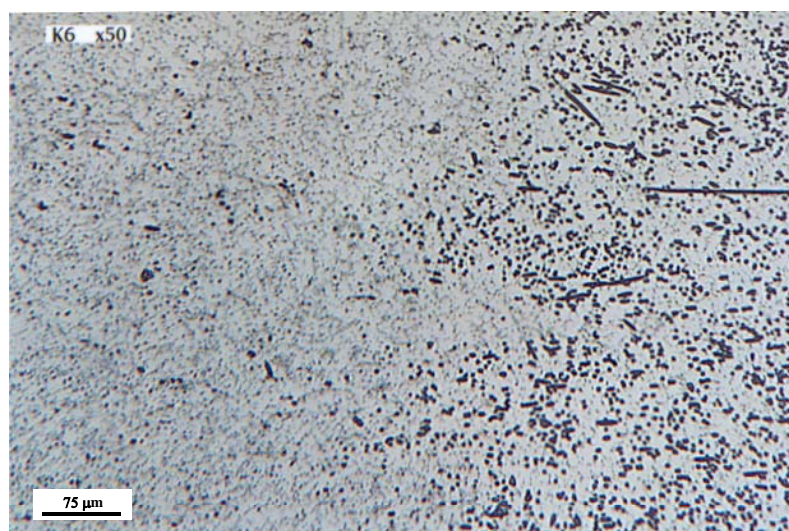
ligante retenido. Sin embargo en la figura 4.52, no se pudieron observar grandes acumulaciones de ligante.

Las muestras de referencias K6 y K7 fueron fabricadas con fibra corta de alta resistencia de 1 mm de longitud. Aunque el manejo de dicha fibra no es tan dificultoso como la fibra de 6 mm, la tendencia a formar acumulaciones es bastante mayor que la que tiene la fibra de longitud menor de 0.5 mm, por lo que la fabricación de las preformas, y más en concreto la formación de la suspensión fibra+ligante+agua y su conformado, ha sido notablemente más dificultosa. Debido a ello la distribución de fibras en la pieza final no

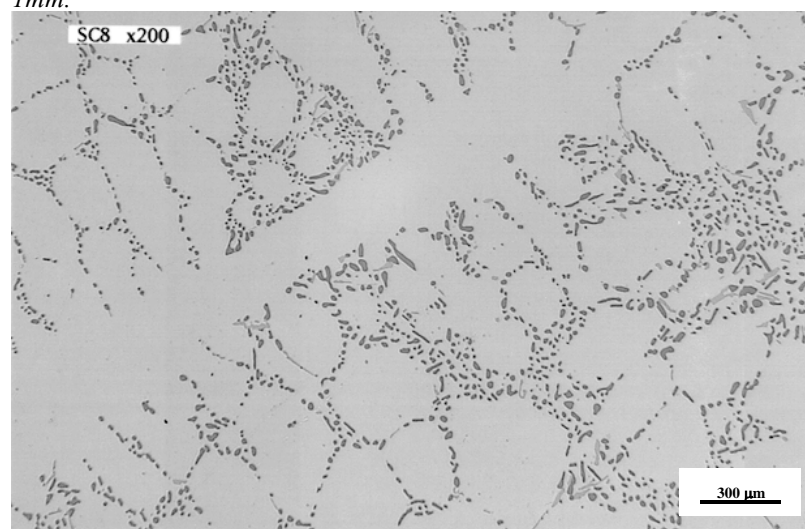


ha sido tan homogénea como en anteriores probetas, aunque en ningún momento se ha observado la presencia de grandes acumulaciones de fibras, como sucedió en la muestra de referencia SC2. La figura 4.53 muestra una zona en la pieza de referencia K6, con una irregular presencia de fibra en su seno.

En general se puede decir que, debido a la altísima velocidad de solidificación, no se ha encontrado ninguna diferencia especial entre la microestructura de la aleación sin reforzar y la microestructura de la aleación en la zona del composite. El tamaño de las dendritas es muy inferior a lo que habitualmente se obtiene por técnicas convencionales de conformado por gravedad. La figura 4.54 muestra la microestructura de una pieza, de



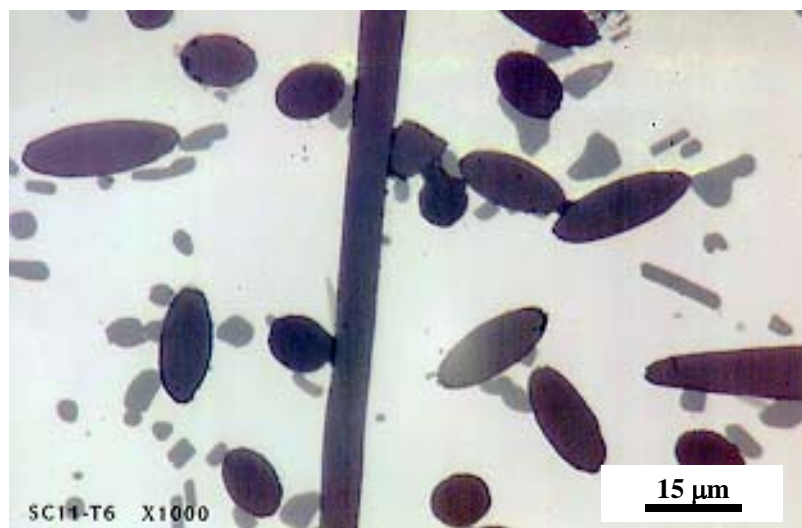
**Figura 4.53.-** Zona de irregular distribución de fibras en la muestra de referencia K6, fabricada con fibra de alta resistencia de longitud de 1mm.



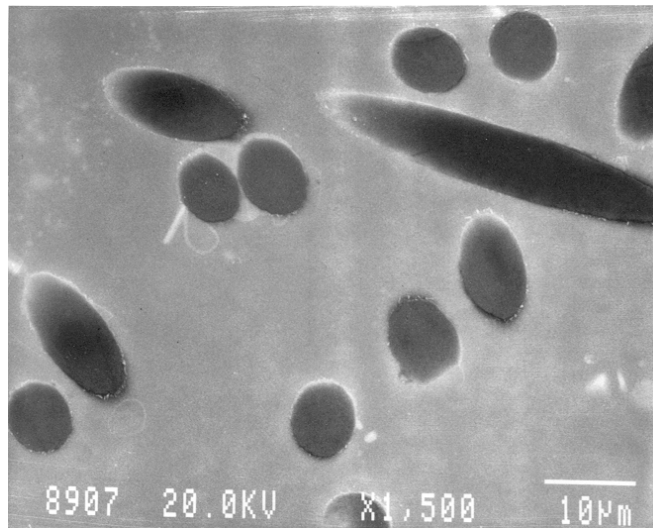
**Figura 4.54.-** Detalle de la microestructura de la aleación AS7G06 conformada por squeeze casting y tratada térmicamente.

referencia SC8, fabricada solamente con aluminio y con las mismas condiciones que la pieza de referencia SC7. La microestructura está formada por dendritas de aluminio primario, silicio eutéctico en las zonas interdendríticas, con forma redondeada debido al efecto del tratamiento térmico, y presencia de los compuestos intermetálicos correspondientes, de igual estequiometría que los que se obtienen por técnicas convencionales pero de tamaño mucho menor. *En general se puede decir que, en comparación con la microestructura de las aleaciones conformadas por técnicas convencionales, se obtiene una microestructura mucho más refinada y con ausencia absoluta de porosidad, lo cual hace que el efecto del tratamiento térmico sea mucho más efectivo.*

En todas las muestras fabricadas con fibra de alto módulo se ha observado una absoluta ausencia de productos de reacción en la intercara, así como una perfecta unión fibra-matriz, debido a la aplicación de la presión, incluso en el menor de los niveles utilizados (65MPa). Esta ausencia de reactividad no solamente es fruto de la alta velocidad de solidificación, lo que reduce al máximo el tiempo de contacto entre la fibra y el metal líquido, sino también a la adecuada elección de la aleación de aluminio, la cual, como se ha señalado anteriormente, debido a su alto contenido en silicio tiene una cinética de reacción con la fibra de carbono mucho menor. La figura 4.55 muestra en detalle la intercara fibra-matriz en la muestra SC1, pudiéndose observar una intercara fibra-matriz



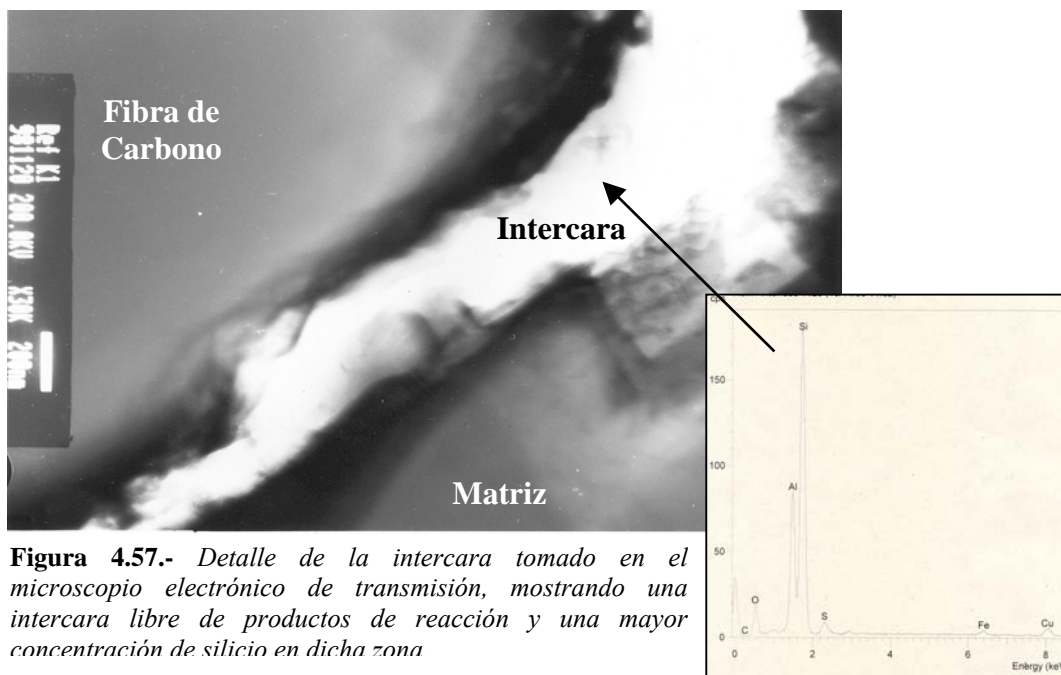
**Figura 4.55.-** Detalle de la intercara fibra-matriz en la probeta de referencia SC1, mostrando absoluta ausencia de reactividad y perfecta continuidad.



**Figura 4.56.-** Detalle de la intercara fibra-matriz en la pieza de referencia SC12.

libre de todo producto de reacción y con una ligera tendencia del silicio eutéctico a difundir hacia el refuerzo, lo que se puede comprobar también en el examen TEM de la intercara.

Se estudiaron varias probetas en el microscopio electrónico de barrido con el fin de observar con mayor detalle la zona de la intercara, en la búsqueda de posibles productos de reacción. Sin embargo, dicha búsqueda fue infructuosa. La figura 4.56 muestra una

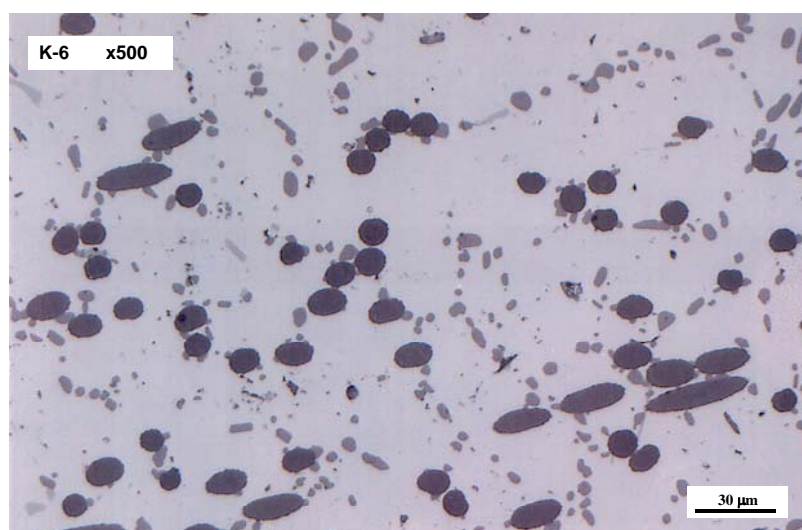


**Figura 4.57.-** Detalle de la intercara tomado en el microscopio electrónico de transmisión, mostrando una intercara libre de productos de reacción y una mayor concentración de silicio en dicha zona

micrografía tomada a 1500 aumentos en el MEB, donde se observa una perfecta continuidad entre la fibra y la matriz, así como ausencia de productos de reacción.

Similares observaciones se hicieron en el microscopio electrónico de transmisión, confirmando de nuevo la ausencia de reacción durante el proceso de fabricación del composite. La figura 4.57 muestra un detalle de la intercara fibra-matriz y un espectro de dicha zona, confirmando la presencia de una mayor concentración de silicio en la zona adyacente a la fibra de carbono, así como una pequeña concentración de oxígeno, probablemente procedente del ligante, pero con ausencia de productos de reacción.

En el caso de las probetas de referencia K6 y K7, fabricadas con fibra de alta resistencia, se ha observado también ausencia de reactividad extensiva en la intercara. La figura 4.58 muestra una imagen tomada en la probeta de referencia K6 en la que las fibras presentan una intercara limpia de productos de reacción. Dichos resultados fueron también corroborados por estudios metalográficos con ayuda de microscopios electrónicos de transmisión y barrido. Por tanto, en la presente investigación no se ha podido establecer una clara diferencia de comportamiento entre las fibras de alto módulo y de alta resistencia en cuanto a su reactividad con la matriz, al igual que Sawada y colaboradores<sup>21</sup> experimentaron en composites fabricados por la misma técnica y diferente tipo de fibras de carbono. Probablemente, largas exposiciones a temperaturas superiores a 773 K hubieran puesto de manifiesto un diferente

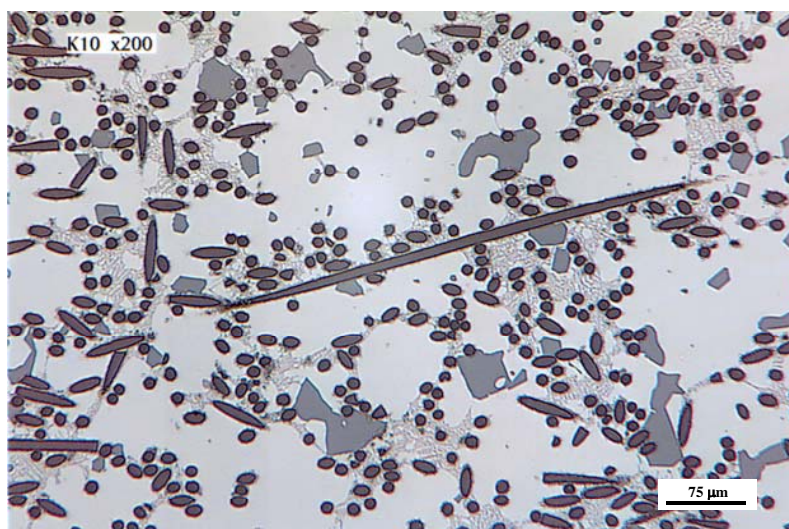


**Figura 4.58.-** Microestructura de la pieza de referencia K6, fabricada con fibra de alta resistencia.



comportamiento entre ambas fibras, siendo, también probablemente, la reactividad de la fibra de alto módulo menor, debido a su mayor grado de grafitización y mejor estado superficial (diferente energía de superficie), como así experimentaron los anteriores investigadores.

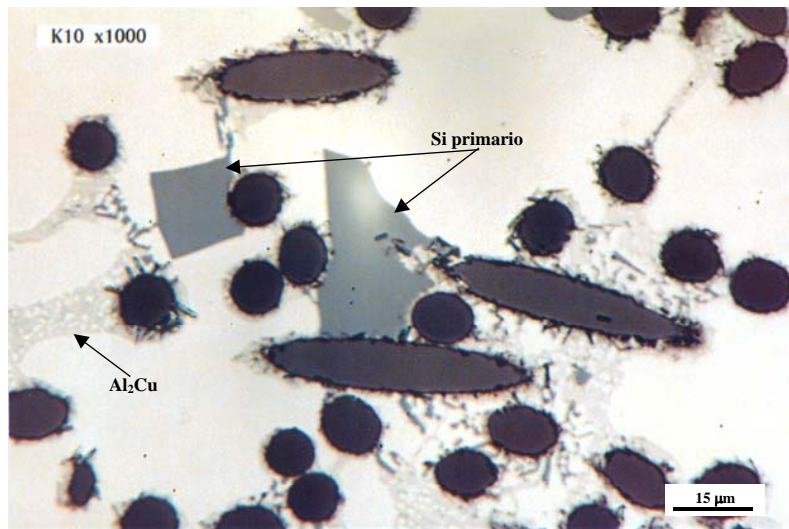
Se ha observado la formación extensiva de partículas de silicio primario por disolución del silicio presente en el ligante en el aluminio, principalmente en aquellas zonas donde la presencia de ligante fue mayor, es decir, en las partes superiores e inferiores de las preformas. La formación de este silicio primario, cuyas formas son típicas de las aleaciones de aluminio hipereutécticas<sup>25</sup>, es debido a una rapidísima disolución del silicio, la cual se produce incluso con velocidades de solidificación tan altas como las experimentadas en la presente investigación.



**Figura 4.59.-** Formación de silicio primario en zonas de retención de ligante, por disolución del silicio en el aluminio.

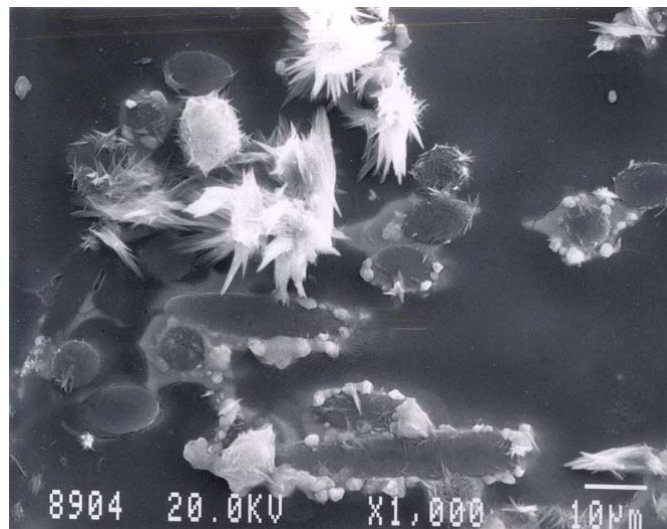
La figura 4.59, tomada de la pieza de referencia K10, fabricada por infiltración de una preforma de fibra recubierta con cobre, muestra la formación de silicio primario de una forma generalizada en una zona de alta retención de ligante. En aquellas zonas de la pieza donde no hay presencia de ligante retenido, la microestructura del aluminio vuelve a ser la típica para la aleación utilizada.

La figura 4.60, tomada de la misma muestra pero a mayores aumentos, muestra que la formación del silicio primario tiene lugar principalmente cerca de las fibras,



**Figura 4.60.-** Detalle de la formación de silicio primario en zonas adyacentes a la fibra. Presencia de agujas de ligante en la intercara fibra-matriz.

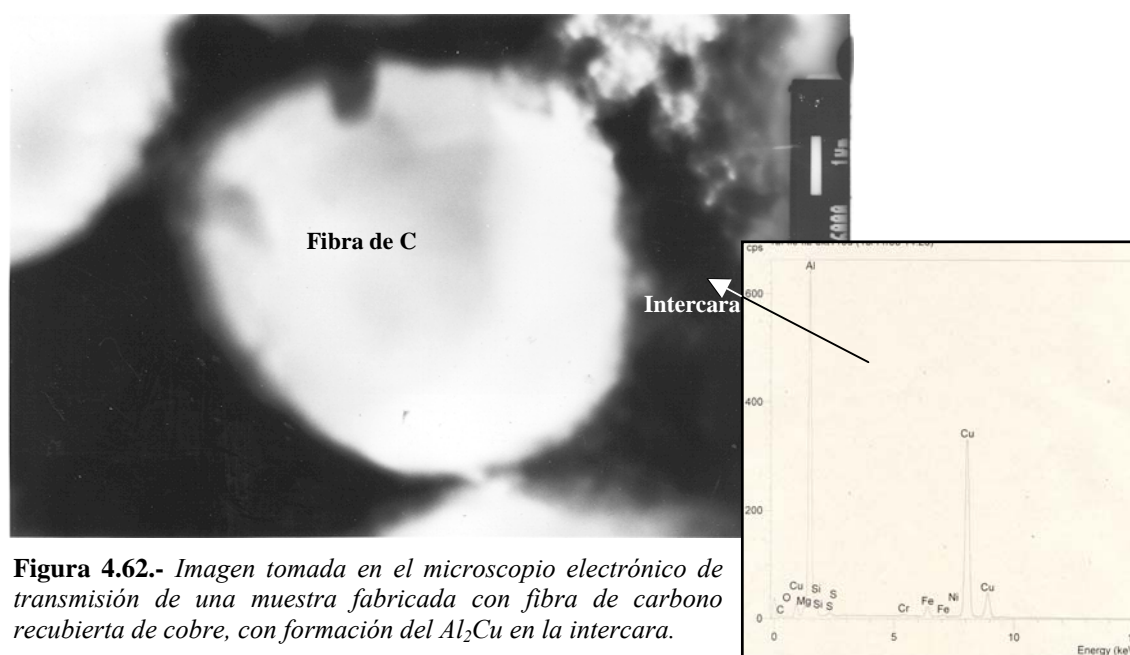
precisamente donde el silicio queda retenido en una mayor concentración. En esta figura se muestra unas fibras que parece que han sufrido reacción con el aluminio, sin embargo, se ha comprobado que las agujas que aparecen en la intercara corresponden al ligante. La figura 4.61, tomada de la preforma utilizada para la fabricación de la pieza K10, muestra la presencia de agujas de  $\text{NaSiO}_3$  adheridas a las fibras de carbono, parte de las cuales se disuelven durante el proceso de fabricación del composite, mientras que otra parte importante permanecen en el composite sólido, como se observa en la figura 4.60.



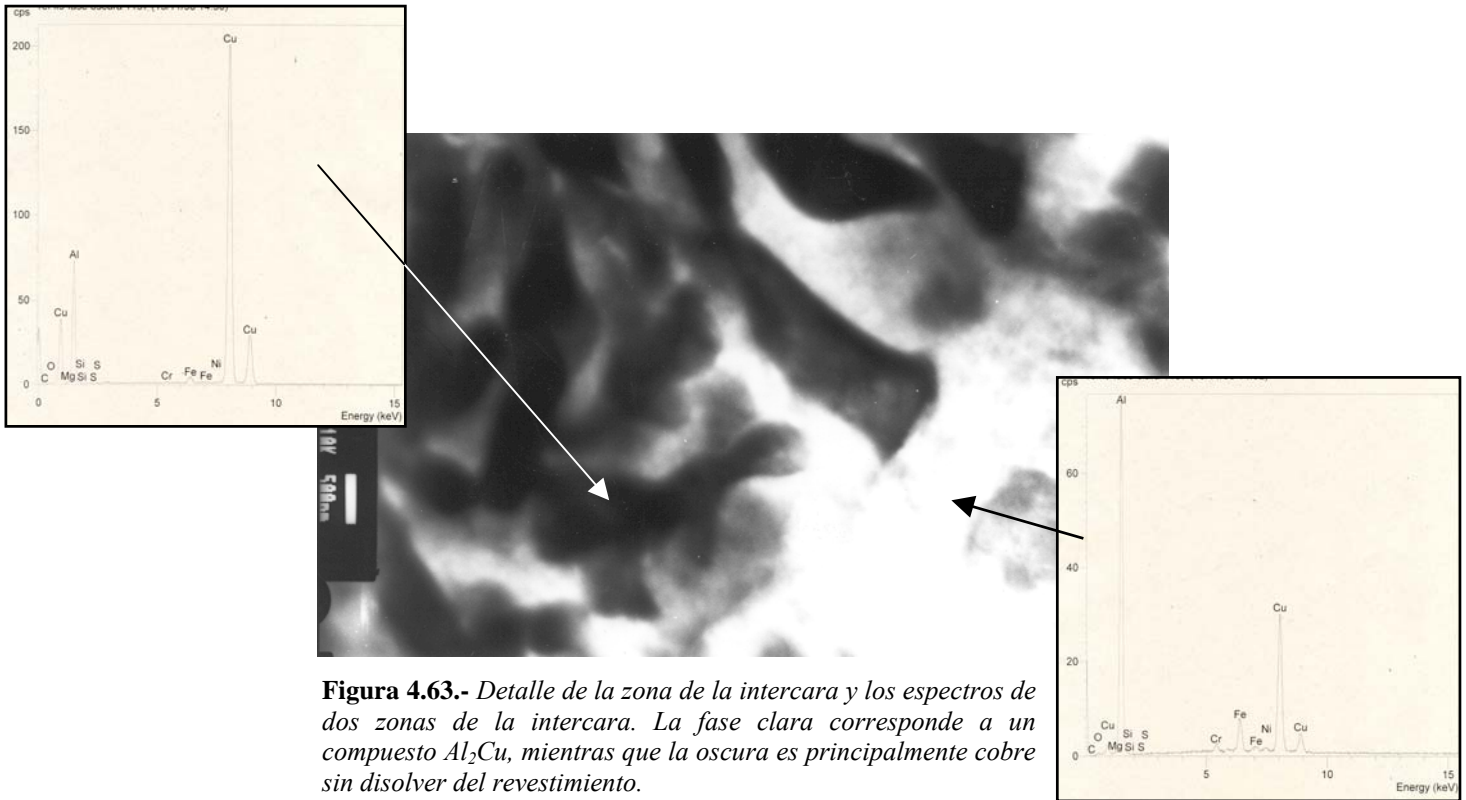
**Figura 4.61.-** Imagen tomada sobre la preforma de la pieza K10 antes de la infiltración. Se puede observar tanto el revestimiento de cobre de las fibras como las agujas de  $\text{NaSiO}_3$  adheridas a la superficie de la fibra.

Asimismo, en la figura 4.60 se puede observar la presencia de gran cantidad de fases  $\text{Al}_2\text{Cu}$  por reacción entre el cobre del revestimiento y el aluminio. Esta excesiva presencia de compuestos frágiles de cobre, los cuales no han podido disolverse durante el tratamiento térmico debido a su elevadísima concentración en las zonas adyacentes a la fibra, junto con la oxidación de la capa de cobre previo a su infiltración (durante el precalentamiento), han dado lugar a la obtención de composites con propiedades mecánicas muy bajas, como se verá en apartados posteriores. La microestructura de estos composites de aluminio reforzados con fibra recubierta de cobre fabricados por infiltración de preformas, difiere absolutamente de la microestructura del mismo tipo de composite fabricado por mezcla en estado líquido, ya que en aquellos, como se vio en el anterior apartado, no se podía observar una especial alta concentración del compuesto frágil  $\text{Al}_2\text{Cu}$  en la intercara. A diferencia de lo que en aquellos composites sucedía, ahora la concentración del compuesto frágil es muy elevada en la intercara, no habiendo posibilidad de que se distribuya el cobre homogéneamente en toda la matriz, como sucedía en el otro proceso de fabricación, y permaneciendo en dicha zona incluso después del tratamiento térmico.

Sin embargo, la formación de silicio primario en zonas de elevada concentración de ligante no es tan acusada en composites fabricados con fibra sin recubrimiento de cobre,



**Figura 4.62.-** Imagen tomada en el microscopio electrónico de transmisión de una muestra fabricada con fibra de carbono recubierta de cobre, con formación del  $\text{Al}_2\text{Cu}$  en la intercara.



**Figura 4.63.-** Detalle de la zona de la intercara y los espectros de dos zonas de la intercara. La fase clara corresponde a un compuesto  $\text{Al}_2\text{Cu}$ , mientras que la oscura es principalmente cobre sin disolver del revestimiento.

como lo demostraba la figura 4.50, tomada en la región de retención del ligante para una muestra fabricada con fibra sin recubrir. Probablemente, la formación del compuesto intermetálico  $\text{Al}_2\text{Cu}$ , la cual se da a través de una reacción exotérmica, mantiene el aluminio líquido un mayor tiempo que en el resto de las muestras fabricadas, haciendo posible la disolución del silicio en la matriz y la formación de silicio primario.

Las figuras 4.62 y 4.63, tomadas en el microscopio electrónico de transmisión, confirman la presencia de elevados contenidos de cobre sin reaccionar y gran cantidad de compuestos  $\text{Al}_2\text{Cu}$  en la intercara fibra-matriz. En la primera de ellas el espectro se tomó de la zona de la intercara mostrada en la figura, en una zona de la intercara algo alejada de la fibra. La segunda, tomada a mayores aumentos de la zona de la intercara, confirma la presencia de gran cantidad de cobre del revestimiento sin reaccionar con el aluminio. En este caso, la fase clara, correspondiente a una zona mas alejada de la fibra, tiene un espectro similar al del compuesto intermetálico. El contenido en aluminio de la fase oscura, más cercana a la fibra, es mucho menor, correspondiendo dicha zona a una incompleta disolución del cobre en la matriz.



### 4.3.2.- Ensayos de Tracción

Los resultados de los ensayos de tracción a temperatura ambiente de los composites fabricados han sido resumidos y presentados en la tabla 4.6, mientras que los resultados obtenidos con la aleación sin reforzar, sometida a los mismos parámetros de fabricación (zona no reforzada de la pieza fabricada), se presentan en la tabla 4.7.

Fibra de C	Condiciones Fabricación T <sup>a</sup> (K)/P(Tm)	Ref.*	Ligan.	Rec.	L.E. (0,1%) MPa	L.E. (0,2%) MPa	Res. (MPa)		Def. (%)	
							Media		Media	
HM	973 K/ 90Tm	SC1	NaSiO <sub>3</sub>	-	224.80	232.1	245.0		0.55	
		SC2			-	-	108.2	No	0.16	No
		SC3			218.91	-	228.5		0.40	
		SC7			126.00	-	130.3	No	0.86	No
		K1			158.23	181.68	228.5		0.54	
							<b>234</b>		<b>0.47</b>	
	973 K / 130Tm	K4	SiO <sub>2</sub>	-	196.18	221.93	262	<b>262</b>	1.92	<b>1.92</b>
		SC6	NaSiO <sub>3</sub>	-	188.48	-	208	<b>208</b>	1.23	<b>1.23</b>
	973 K / 50Tm	K3	NaSiO <sub>3</sub>	-	200.71	208.92	227	<b>227</b>	1.05	<b>1.05</b>
		K11	NaSiO <sub>3</sub>	Cu	-	-	98	<b>98</b>	0.49	<b>0.49</b>
		K5	SiO <sub>2</sub>	-	122.26	158.69	192	<b>192</b>	0.61	<b>0.61</b>
	943 K/ 90Tm	SC11	NaSiO <sub>3</sub>	-	103.96	145.33	205	<b>205</b>	0.63	<b>0.63</b>
	943 K / 130Tm	SC12	NaSiO <sub>3</sub>	-	211.61	-	242		0.53	
		SC18			147.00	182.66	236		0.92	
		SC20			116.68	151.81	230		0.93	
		K0			-	-	210		0.96	
							<b>230</b>		<b>0.83</b>	
	943 K / 130Tm	K13	SiO <sub>2</sub>	-	227.26	268.94	287		1.68	
		K14			241.08	275.12	291		1.25	
		K10	SiO <sub>2</sub>	Cu	-	-	125	<b>125</b>	0.14	<b>0.14</b>
	1003 K/ 50Tm	K2	NaSiO <sub>3</sub>	-	198.14	-	222		0.39	
		K12			214.69	228.30	246		0.62	
							<b>232</b>		<b>0.50</b>	
HR	943 K/ 130Tm	K6	NaSiO <sub>3</sub>	-	-	-	204	<b>204</b>	0.20	<b>0.20</b>
		K7	SiO <sub>2</sub>	-	248.00	268.35	279		2.03	
		K8			239.62	256.49	281		1.89	
							<b>280</b>		<b>1.96</b>	

\*Referencia de la pieza fabricada

**Tabla 4.6.-** Resultados de los ensayos a tracción en temperatura ambiente de los composites fabricados por infiltración de preformas porosas a través de la aplicación de presión sobre el metal fundido.

Condic. T°(K)/P(Tm)	Ref.	L.E. (0,1%) MPa	L.E. (0,2%) MPa	Res. (MPa)	Media	Def. (%)	Media
973 K/130Tm	SC6	261.25	276.17	341		10.95	
	SC8	230.87	252.82	314		6.01	
				<b>327</b>		<b>8.48</b>	
973 K/90Tm	SC7	258.03	283.61	321	<b>321</b>	4.32	<b>4.32</b>
943 K/90Tm	SC11	236.96	270.79	331	<b>331</b>	6.28	<b>6.28</b>
943 K/130Tm	SC12	249.28	271.58	331	<b>331</b>	7.28	<b>7.28</b>

**Tabla 4.7.- Resultados de los ensayos a tracción en temperatura ambiente de aluminio no reforzado sometido al proceso de forja líquida.**

Los resultados presentados en las tablas, correspondientes a cada referencia, han sido obtenidos, en su mayor parte, de la media de 4 probetas obtenidas de cada pieza fabricada. En aquellas condiciones de fabricación en los que se han hecho varias piezas, también se ha obtenido una media de los valores obtenidos en cada pieza. No obstante, dado que los valores de límite elástico tienen una gran dispersión, solamente se ha hecho media de los valores de carga máxima de rotura y deformación a rotura, aunque dichos valores también tienen una notable dispersión.

Se ha pretendido valorar de forma cuantitativa la influencia que tiene cada parámetro de proceso en las propiedades mecánicas de los composites fabricados. De esta manera, se fabricaron composites con tres temperaturas de infiltración diferentes, siendo estas 913, 973 y 1003 K, así como tres niveles de presión aplicada, 50, 90 y 130 Tm. También se pretendió hacer una valoración de la influencia del tipo de ligante utilizado en cada preforma ( $\text{SiO}_2$  y  $\text{NaSiO}_3$ ) y la influencia de la aplicación del recubrimiento de cobre sobre la fibra de carbono. Por último, se hicieron piezas de composite con fibra de alta resistencia con los parámetros de fabricación que mejores resultados habían dado en los de fibra de alto módulo, con el fin de establecer una comparación.

Como primera observación se puede decir que existe una notable diferencia en los resultados obtenidos no solamente en piezas fabricadas con diferentes parámetros, sino también en piezas fabricadas bajo los mismos parámetros de fabricación. Esta gran dispersión de resultados es un fenómeno muy común en los composites de matriz metálica con refuerzo discontinuo debido a la naturaleza intrínsecamente anisotrópa de

estos materiales, lo que da lugar a fenómenos muy dispares en diferentes puntos de la pieza fabricada cuando ésta es sometida a un esfuerzo mecánico.

Como se puede observar en la tabla resumen de las propiedades mecánicas obtenidas en piezas sin refuerzo, la poca dispersión de los resultados obtenidos en probetas de aluminio sin reforzar, extraídas de las mismas piezas de donde se obtuvieron las de composite, ponen de manifiesto la importancia que tiene el proceso de fabricación y preparación de las preformas para su infiltración. Los resultados obtenidos en la presente investigación, donde las preformas han sido fabricadas a mano, con poco control de los parámetros del proceso, es decir, la mezcla y agitación de la fibra con agua y ligante, seguido de su colada sobre molde, extracción del líquido retenido dentro de la preforma mediante aplicación de presión, tratamiento de endurecimiento y precalentamiento, etc..., han dado lugar a una importante dispersión de los resultados. Todas estas operaciones, pese a haberse realizado con la máxima atención y cuidado para no variar los resultados en la investigación, no han llevado a una suficientemente buena repetitividad en los resultados de los ensayos mecánicos. Ello hace imprescindible el diseño y fabricación de un sistema mecánico que permita llevar a cabo todas las fases del proceso de fabricación de preformas de una manera repetitiva, lo que daría lugar a resultados más consistentes y una mayor fiabilidad de los componentes fabricados mediante esta técnica.

De manera general, centrándonos primeramente en la discusión de los resultados obtenidos en ensayos sobre composites, se ha observado que la utilización del ligante  $\text{SiO}_2$  ha dado lugar, de manera general, a probetas con mejores características mecánicas a tracción, con excepción de las probetas obtenidas de la pieza de referencia K5, en las cuales se comprobó la presencia de importantes zonas donde no se había alcanzado la infiltración total, debido al bajo nivel de presión utilizado (50 Tn). La diferencia de resultados obtenidos en piezas fabricadas con ambos ligantes es notable, llegando a ser incluso mayor al 20%. *La influencia del ligante es, con mucho, el mas determinante en las propiedades mecánicas alcanzadas, como lo demuestra una rápida comparación de resultados en probetas fabricadas en las mismas condiciones.* Ello pone de manifiesto el importante papel que juega el ligante en el proceso de fabricación, constituyendo una

importante vía de investigación en un futuro próximo, debiendo ser estudiado con mayor detalle el papel del ligante en la formación de nuevas fases en la microestructura de la matriz, y por tanto de la fragilización del composite.

Asimismo, se puede comprobar el efecto negativo del recubrimiento con cobre de las fibras, en los composites fabricados mediante la presente técnica. Estas pobres propiedades mecánicas obtenidas en dichos composites ha sido debido principalmente a dos razones de peso. En primer lugar por la oxidación de la capa de cobre con anterioridad a su infiltración con aluminio (proceso de precalentamiento necesario para conseguir una completa infiltración), y en segundo lugar debido a la excesiva presencia de cobre e intermetálicos de cobre y aluminio en la zona de la intercara, lo que debilita dicha zona y da lugar a la rotura prematura de los composites. Ambos problemas deberían resolverse para conseguir unos resultados medianamente aceptables en los composites fabricados. *No obstante, dado que se ha demostrado que la reactividad fibra-matriz en este proceso de fabricación es apenas existente, debido al breve espacio de tiempo en el que fibra y metal líquido están en contacto, y que la mojabilidad fibra-matriz no es un parámetro tan importante en este proceso de fabricación, ya que el metal es forzado a permanecer en contacto con la fibra mediante la presión aplicada, se puede concluir que el recubrimiento de la fibra en el presente proceso de fabricación no es interesante ni tecnológica ni económicamente. El proceso de recubrimiento, además de no conducir a una mejora evidente de las propiedades de los composites fabricados, más bien todo lo contrario, encarece el producto final.*

Los valores de resistencia mecánica de las probetas obtenidas de la pieza de referencia SC2 han sido extremadamente bajos, por lo que no se han tenido en cuenta para hacer la media. Dichos valores han venido fuertemente influidos por la presencia de grandes acumulaciones de fibras, ya que esta pieza fue fabricada con una preforma con fibras de longitud 6 mm (simplemente eliminando el ensimaje de fábrica). Dicha longitud de fibra hace especialmente dificultosa la fabricación de preformas sin presencia de dichas acumulaciones, como se ha puesto de manifiesto en el anterior apartado 4.3.1, lo que da como consecuencia una rápida formación y crecimiento de la grietas bajo mínimos esfuerzos. De la misma manera, los resultados obtenidos en la pieza de referencia SC7

tampoco se tuvieron en cuenta, en este caso debido a problemas de falta de infiltración con aparición de grandes cavidades dentro de las probetas.

Los efectos que juegan los rangos de temperatura (943 y 973 K) y presión (90 y 130 Tn) en las propiedades mecánicas no es muy acusado en el caso de probetas sin refuerzo, como lo demuestran los datos incluidos en la tabla 4.7. Ello pone de manifiesto que, en la fabricación de composites, dichos parámetros sólo influyen en la correcta infiltración de la preforma y la reactividad fibra-matriz, no siendo tan importantes los fenómenos de tamaño de grano o tamaño dendrítico de la matriz de aluminio. Así, centrando la discusión en los resultados obtenidos en composites de alto módulo, se puede observar una cierta tendencia a obtener mejores resultados a medida que disminuye la temperatura de colada de la matriz, como lo demuestra el hecho de que los mejores resultados se hayan alcanzado a 943 K. No obstante, la infiltración a dicha temperatura se ha de hacer a mayores presiones que lo que se necesita cuando el metal se cuela a temperaturas superiores, no siendo posible la completa infiltración de la preforma por debajo de cargas inferiores a 90 Tn.

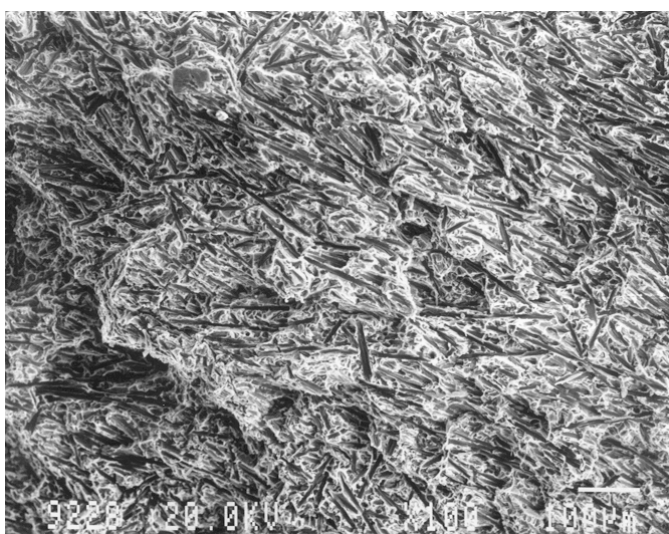
Probetas fabricadas con fibra de alta resistencia con los mismos parámetros que aquellas en las que se obtuvieron los mejores resultados con fibra de alto módulo, han alcanzado propiedades mecánicas similares, con un ligera menor carga de rotura (10 MPa) y límite elástico (12 MPa) y una mayor deformación a rotura (1,96 frente a 1,46%). A pesar de que existen diferentes publicaciones que hacen mención a la mayor reactividad que tienen las fibras de alta resistencia en comparación con las de alto módulo (ver segundo capítulo, referencias 3, 8 y 9), debido al corto espacio de tiempo que fibra y matriz líquida están en contacto en el presente proceso de fabricación dicho efecto no tiene especial importancia, lo que da lugar a composites con propiedades similares, aunque con pequeñas diferencias debido a las diferentes características del refuerzo.

Por otro lado, los resultados obtenidos en piezas no reforzadas confirman el interés creciente de la industria en el proceso de conformado por forja líquida. Los valores de carga de rotura, límite elástico y deformación a rotura superan con creces los valores

máximos esperados para la aleación en cuestión (ver tabla 2.2 de la presente tesis) conformada por técnicas convencionales.

En general, los resultados de los ensayos de tracción a temperatura ambiente en composites son más discretos que los obtenidos en la aleación sin reforzar, en todas las condiciones de fabricación. No obstante, si tenemos en cuenta los resultados obtenidos en probetas fabricadas en las mejores condiciones y utilizando el ligante  $\text{SiO}_2$ , la diferencia oscila entre un 10-12% inferior para la carga de rotura, siendo solamente un 3% inferior el límite elástico para composites con fibra de alta resistencia, mientras que el límite elástico en composites de alto módulo es ligeramente superior a la aleación. No obstante la mejora de propiedades es mas evidente a altas temperaturas, como se verá mas adelante.

Se han hecho observaciones en la superficie de fractura de algunas de las probetas rotas en el ensayo de tracción. En general la fractura se presenta como fundamentalmente frágil, con muy poca deformación. Las figuras 4.64 y 4.65 presentan dos superficies de fractura de probetas obtenidas de las piezas de referencia K13 y K7 respectivamente, observándose que la fractura ha discurrido principalmente por las fibras, aunque éstas permanecen fuertemente unidas a la matriz.



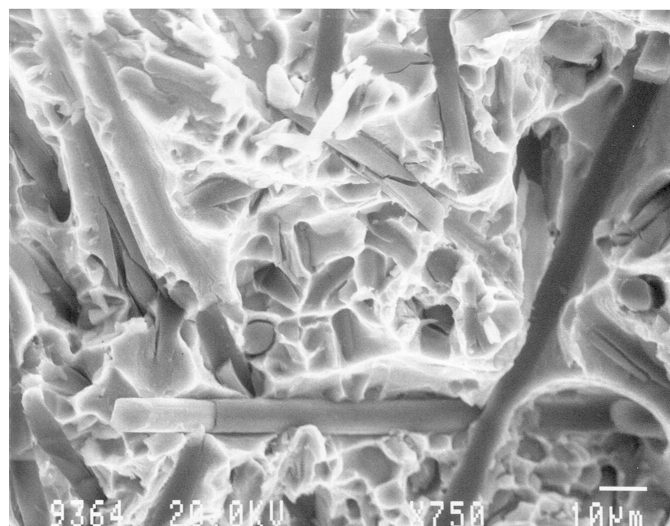
**Figura 4.64.-** Superficie de fractura en tracción a temperatura ambiente de una probeta obtenida de la pieza de referencia K13.



**Figura 4.65.-** Superficie de fractura en tracción a temperatura ambiente de una probeta obtenida de la pieza de referencia K7.



**Figura 4.66.-** Detalle de la superficie de fractura mostrando fibras fracturadas principalmente en la dirección perpendicular a la dirección de carga (ref. K13).

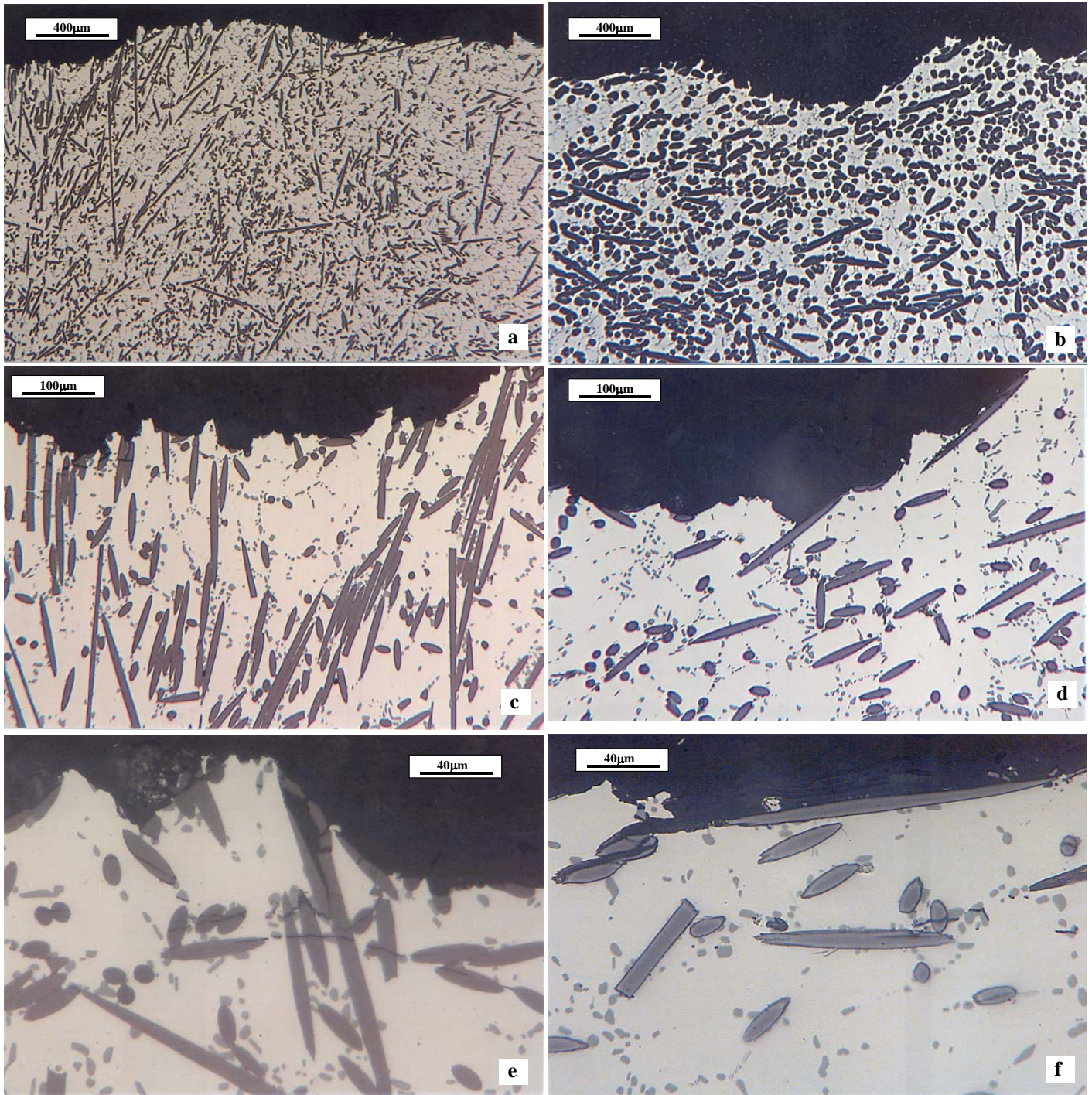


**Figura 4.67.-** Superficie de fractura en una probeta extraída de la pieza de referencia K7.

El detalle de las superficies de fractura se puede observar en las figura 4.66 y 4.67, mostrándose un modo de fractura similar, con gran presencia de fibras fracturadas principalmente en la dirección perpendicular a la dirección de carga. No obstante, también se pueden observar fibras fracturadas con una posición paralela a la dirección de carga, como se evidencia en las figuras 4.68c y 4.68e. La fractura progresa principalmente por las fibras (no por la intercara), aunque también evoluciona de fibra a fibra a través de los compuestos intermetálicos presentes en el aluminio. La mayoría de las fibras que afloran a la superficie de fractura están completamente fracturadas, permaneciendo adheridas a la matriz, lo que denota una fuerte intercara fibra-matriz. En algunos casos, como en la figura 4.67, se puede observar alguna fibra desnuda que aflora hacia el exterior, debido a una posible mala unión con la matriz, aunque no es habitual. En el seno de la matriz existe cierta presencia de cavidades dúctiles, mejor observables en la figura 4.66.

La figura 4.68 presenta varios detalles de cortes transversales de las dos probetas anteriormente citadas K13 (a,c y e) y K7 (b,d y f). Como se puede observar en la figuras c y e, las fibras presentan grietas en la zona de influencia de la fractura. Dichas grietas evolucionan principalmente por el seno de la fibra de carbono y los intermetálicos, tanto en aquellas fibras cuya dirección es perpendicular como paralela al eje de la carga aplicada. En aquellas fibras perpendiculares al eje de carga que coinciden con la

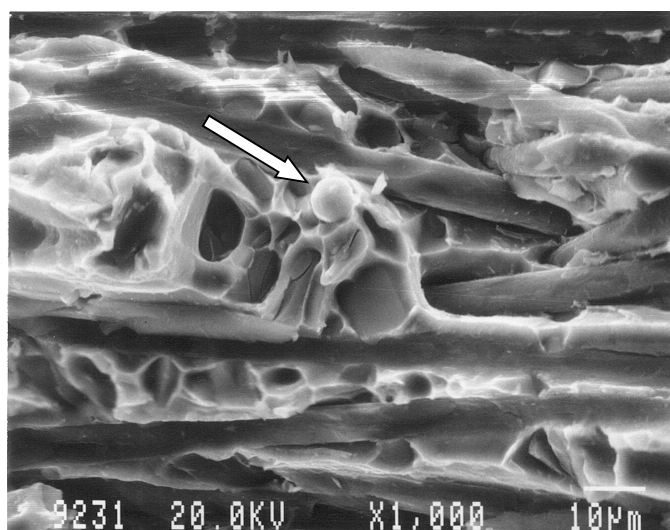




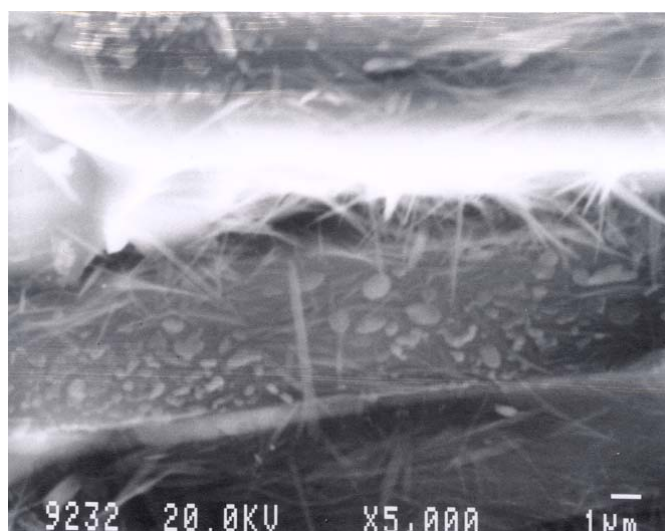
**Figura 4.68.-** Imágenes tomadas de cortes transversales de las superficies de fractura de las dos probetas obtenidas de las piezas de referencia K13 (a,c y e) y K7 (b, d y f) respectivamente.

superficie de fractura, es evidente que la fractura no progresa por la intercara, quedando cada parte de la fibra adherida a una parte de la probeta, como se puede observar en la figura 4.68.f.





**Figura 4.69.-** Superficie de fractura de una probeta extraída de la pieza de referencia SC11, con ligante  $\text{NaSiO}_3$ .



**Figura 4.70.-** Detalle de agujas de silicato sódico en la superficie de una fibra de la superficie de fractura.

Estudios fractográficos de probetas obtenidas de piezas en las que se utilizó como ligante silicato sódico ( $\text{NaSiO}_3$ ) presentan una superficie de fractura muy similar a las anteriores fabricadas con ligante  $\text{SiO}_2$ , pero con mayor presencia de ligante en la superficie de fractura, como se puede observar en las figuras 4.69 y 4.70. En la primera de ellas, se puede observar principalmente fibras de gran longitud fracturadas en la dirección perpendicular al eje de carga. En el centro de dicha figura se puede ver una inclusión correspondiente al ligante utilizado, como lo demostró un análisis EDS realizado sobre ella (con elevada concentración de Na). Asimismo, la figura 4.70 presenta un detalle de la superficie de una fibra que afloraba al exterior, mostrando una

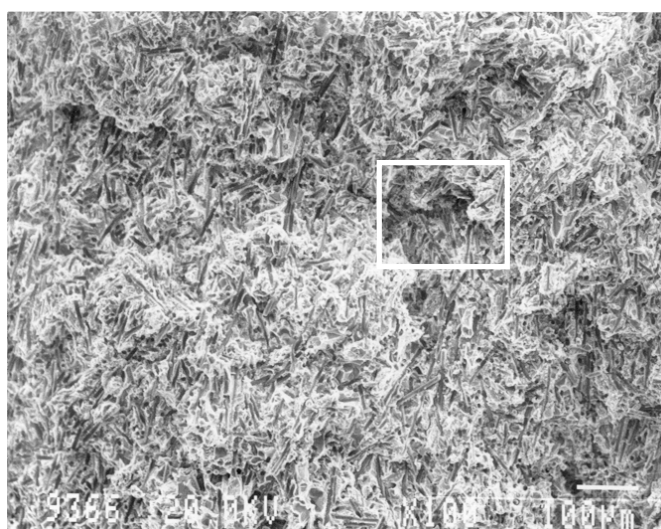


**Figura 4.71.-** Corte transversal de la superficie de fractura de la probeta de referencia SC11.3.

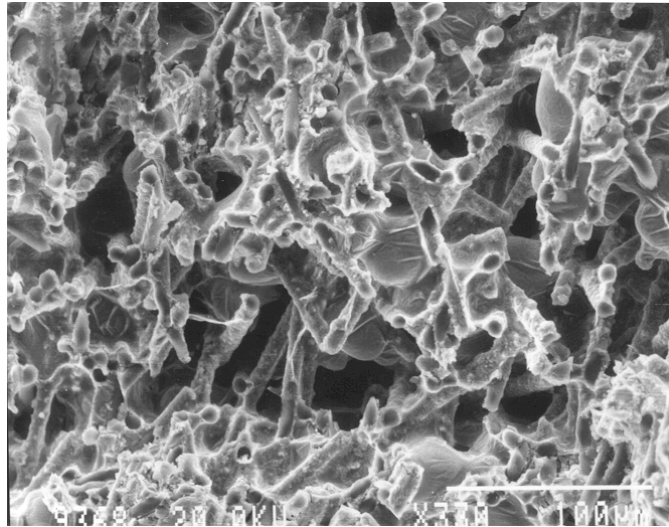
gran cantidad de agujas de silicato sódico adheridas a la superficie de la fibra, de la misma manera que se mostraron en las figuras 4.60 y 4.61.

El corte transversal presenta un modo de fractura similar a las anteriores, con grietas progresando de fibra a fibra y a través de compuestos intermetálicos, como se muestra en la figura 4.71.

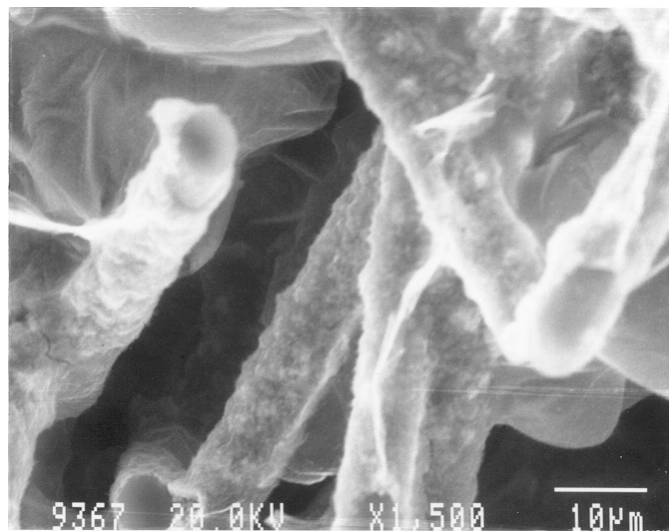
La figura 4.72 corresponde a la fractura de una probeta fabricada con fibra recubierta de cobre (referencia K11), cuyos valores de resistencia mecánica han sido muy bajos.



**Figura 4.72.-** Superficie de fractura de una probeta extraída de la pieza de referencia K11, fabricada con fibra recubierta con cobre.

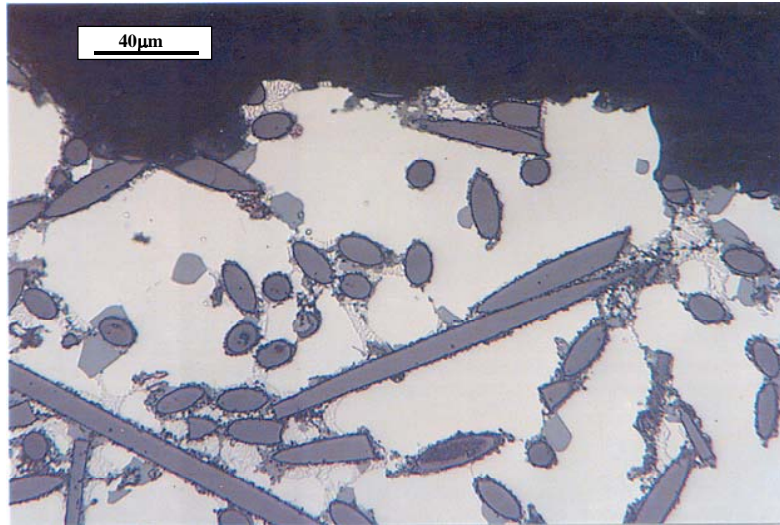


**Figura 4.73.-** Detalle de la zona anteriormente señalada, mostrando una zona de incompleta infiltración de la preforma con presencia de fibras revestidas de cobre intactas.



**Figura 4.74.-** Detalle de fibras de carbono con su recubrimiento de cobre intacto.

Como se puede observar la superficie de fractura está completamente salpicada de zonas de nula penetración del aluminio. La figura 4.73 corresponde a un detalle marcado en la anterior figura donde puede verse gran cantidad de fibras con el recubrimiento de cobre en una zona donde el aluminio no ha penetrado. También se puede ver claramente la presencia del ligante, manteniendo la unión entre fibras y haciendo de la preforma un sólido rígido. Un detalle a mayores aumentos de dicha zona, incluido en la figura 4.74, muestra la presencia de fibras con su recubrimiento de cobre intacto aflorando a la superficie de fractura. Todo ello nos indica que la disolución del recubrimiento en la

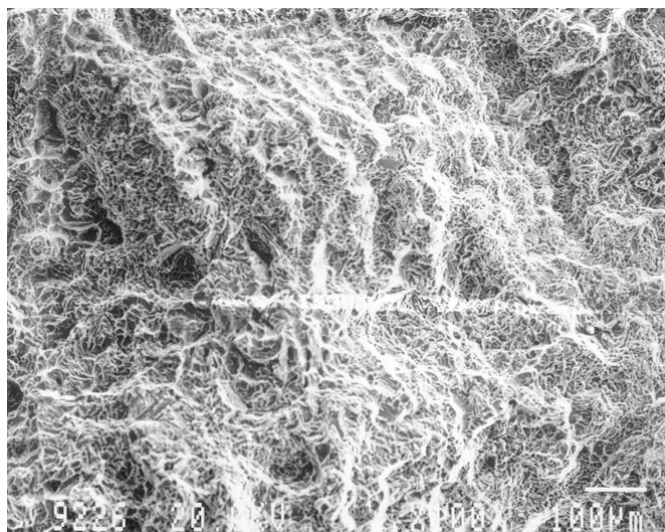


**Figura 4.75.-** Detalle de agujas de silicato sódico en la superficie de una fibra de la superficie de fractura.

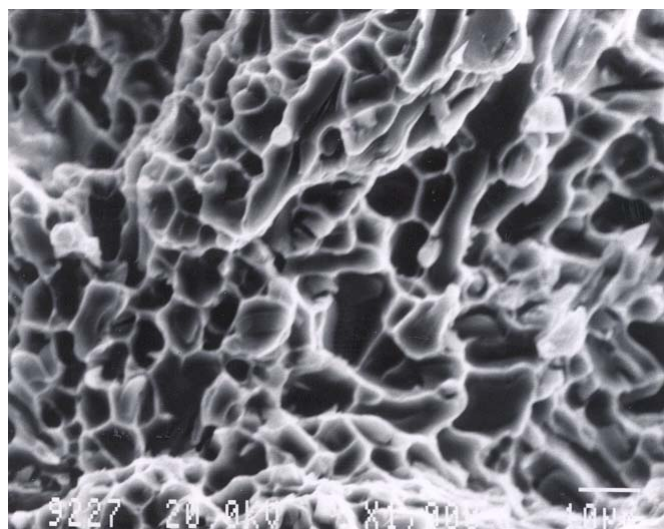
matriz no se completa, quedando las fibras recubiertas por la capa de cobre, la cual en su mayor parte se ha oxidado durante el proceso de precalentamiento. Además, debido a un incompleto proceso de infiltración, la formación de grietas y su crecimiento hasta rotura ha estado muy facilitado. Las condiciones de fabricación de la presente probeta fueron 973 K y 50 toneladas de presión, lo que indica que dichos parámetros no han sido suficiente para obtener un material de buena calidad. El mismo problema de insuficiente infiltración, como anteriormente se ha señalado, ha sido observado en la pieza de referencia K5, fabricada con los mismos parámetros. Ello nos indica que dicho nivel de presión es insuficiente para la temperatura de colada utilizada.

Un corte transversal de la superficie de fractura (figura 4.75) muestra la gran cantidad de fases presentes en la intercara fibra-matriz, con la rotura progresando también a través de las fibras, compuestos intermetálicos presentes (en este caso con gran profusión) y partículas de silicio primario formadas debido a la disolución del ligante presente en la matriz (como anteriormente se ha señalado). En esta figura se evidencia que las fibras apenas han soportado carga, como ocurría con los casos anteriores, quedando las fibras adyacentes a la fractura intactas, sin aparición de fracturas como es habitual. La fractura se ha iniciado y progresado rápidamente, de manera que las fibras no han tenido que soportar elevadas tensiones y, por tanto, no se han deteriorado.





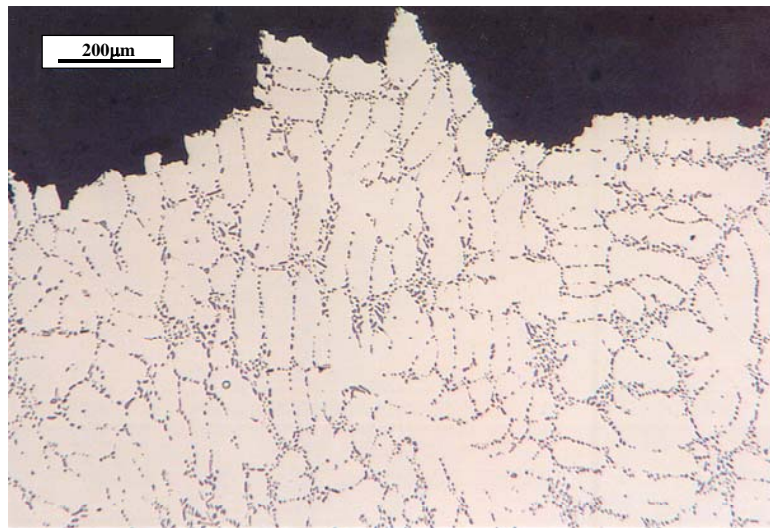
**Figura 4.76.-** Superficie de fractura de un aluminio no reforzado (referencia SC12).



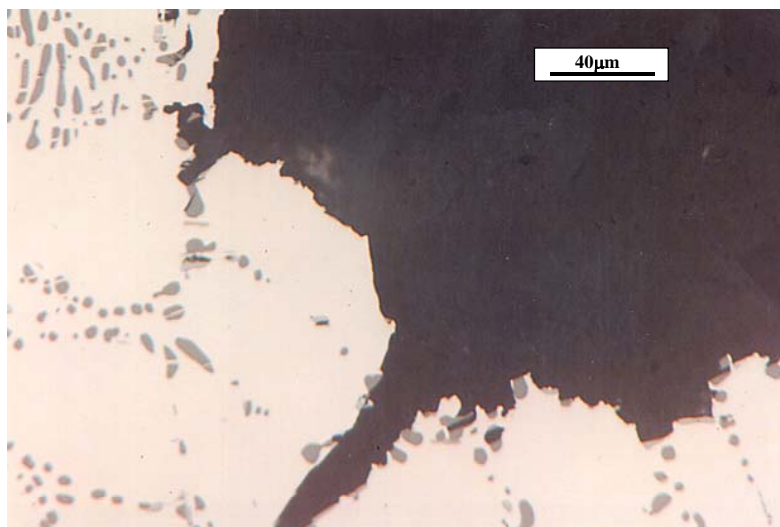
**Figura 4.77.-** Presencia de típica rotura dúctil en el aluminio sin reforzar, con formación de cavidades en forma de copa.

La figura 4.76 muestra la superficie de fractura de una probeta de aluminio sin refuerzo obtenida de la pieza de referencia SC12. Como puede observarse el modo de fractura es completamente diferente al de los composites, transcurriendo la misma por un modo sensiblemente mas dúctil que en los composites, con notable presencia de cavidades de deformación formadas durante el progreso de la rotura, como corresponde a los niveles de deformación obtenidos en el ensayo de tracción. Dichas cavidades se aprecian perfectamente bien en la figura 4.77, mostrando presencia de compuestos intermetálicos en la base de algunas de ellas.

El modo de fractura, progresando a través de los compuestos intermetálicos, se puede observar muy bien en la siguiente figura 4.78, correspondiente a un corte transversal de la probeta anteriormente observada. La grieta, formada en los compuestos intermetálicos, progresa a través de la zona interdendrítica, donde se acumulan la mayoría de los compuestos intermetálicos, además del eutéctico Al-Si. Las dendritas quedan deformadas pero sin que la grieta progrese a través de ellas. Así, se puede ver la formación de las cavidades anteriormente señaladas, en el fondo de las cuales están los compuestos intermetálicos, correspondientes al camino por donde va progresando la grieta.



**Figura 4.78.-** Corte transversal de una aluminio no reforzado ensayado a temperatura ambiente mostrando el avance de la fractura a través de los compuestos intermetálicos interdendríticos.



**Figura 4.79.-** Detalle de la superficie de fractura, mostrando un buen número de compuestos intermetálicos fracturados en la vecindad de la fractura.

Por último, la figura 4.79 corresponde a un detalle de la zona de rotura, donde se puede observar cómo la grieta progresa a través de los compuestos intermetálicos, quedando fracturados algunos de los mismos adyacentes a la superficie de rotura.

Las tablas 4.8 y 4.9 presentan los datos obtenidos en ensayos de tracción a alta temperatura para composites y aluminio sin reforzar respectivamente. Los datos de cada pieza corresponden a una media de 2 probetas ensayadas. Para los ensayos de composites se escogieron aquellas piezas cuyas probetas obtuvieron los mejores resultados en los ensayos de tracción a temperatura ambiente, tanto con fibra de alto módulo como de alta resistencia.

Condic. Tª(K)/P(Tm)	Ref.*	Tipo fibra	L.E. (0,1%) MPa	L.E. (0,2%) MPa	Res. (MPa) Media	Def. (%) Media
943 K/ 130Tm	K13	HM	232.12	249.18	263	2.02
	K14		214.31	244.09	254	1.61
					<b>258</b>	<b>1.81</b>
	K7	HR	199.95	219.68	248	2.43
	K8		201.06	223.32	244	2.11
					<b>246</b>	<b>2.27</b>

\* Condiciones de fabricación en Tabla 3.3., página 187

**Tabla 4.8.- Resultados de los ensayos a tracción llevados a cabo a 473 K en composites de aluminio reforzado con fibra corta de carbono fabricados por infiltración de preformas.**

Condic. Tª(K)/P(Tm)	Ref.*	L.E. (0,1%) MPa	L.E. (0,2%) MPa	Res. (MPa) Media	Def. (%) Media
973 K/ 130Tm	SC6	229.93	237.63	238	0.85
	SC7	184.31	195.61	207	1.39
				<b>222</b>	<b>1.12</b>
973 K/ 90Tm	SC8	187.85	207.11	221	7.24
				<b>221</b>	<b>7.24</b>
943 K/ 90Tm	SC11	181.69	205.41	233	11.19
				<b>233</b>	<b>11.19</b>
943 K/ 130Tm	SC12	194.29	211.05	224	6.42
				<b>224</b>	<b>6.42</b>

\* Condiciones de fabricación en Tabla 3.3., página 187

**Tabla 4.9.- Resultados de los ensayos a tracción llevados a cabo a 473 K de aluminio no reforzado sometido al proceso de forja líquida.**

A diferencia de lo que se ha obtenido en los ensayos a temperatura ambiente, los ensayos a 473 K ponen de manifiesto una mejora de las propiedades con la presencia del elemento reforzante. Mientras que en los aluminios la resistencia cae sensiblemente a la temperatura de ensayo en valores superiores al 30%, la disminución de la resistencia en los composites es sensiblemente inferior, siendo esta disminución algo superior al 10% para ambas clases de composites. Estos resultados son muy similares a los presentados en composites fabricados mediante mezcla en estado líquido con fibra

recubierta de cobre en el apartado 4.2.2.2 de la presente memoria. Ello pone de manifiesto que las mejoras esperadas para un composite de estas características se exhiben principalmente a altas temperaturas, donde el elemento reforzante actúa como anclaje de la matriz, ya que el refuerzo cerámico no sufre una importante alteración de sus propiedades mecánicas a las temperaturas de ensayo aquí utilizadas.

Otra de las ventajas que los composites muestran a estas temperaturas de ensayo en comparación con el aluminio sin reforzar es la rigidez, manteniendo un límite elástico sensiblemente superior al del aluminio no reforzado, especialmente en los composites fabricados con fibra de alto módulo. La deformación a rotura sigue siendo inferior al 3%, mientras que el aluminio tiene una deformación superior al 6%, excepto para las piezas de referencias SC6 y SC7, que han tenido unos valores de deformación excepcionalmente bajos debido probablemente a un error en los ensayos (deslizamiento de los extensómetros durante el ensayo).

Todo ello pone de manifiesto que los composites desarrollados en la presente investigación tiene un potencial interés en aplicaciones que trabajan a altas temperaturas y en las cuales tenga importancia una elevada estabilidad dimensional, no encontrando un mayor interés para sus aplicaciones a temperatura ambiente, con excepción de componentes sometidos a desgaste o fricción, como se comentará en el siguiente capítulo.



### 4.3.3.- Ensayos de Desgaste

Los ensayos de desgaste llevados a cabo en la presente tesis han tenido como principal fin hacer una comparación entre el comportamiento a desgaste de los composites fabricados en la presente tesis y el del material sin reforzar. Dado que el material desarrollado en la presente investigación es un material cuyas propiedades a desgaste pueden tener un gran interés para determinadas aplicaciones específicas, la intención del autor de la presente tesis es que, en un futuro próximo, se lleve a cabo un estudio más minucioso y amplio, en el cual se tengan en cuenta diferentes materiales compuestos, parámetros de ensayo (carga, temperatura, velocidad, tiempo, etc...) y se haga un estudio comparativo con diferentes materiales convencionales actualmente utilizados en aplicaciones sometidas a fricción y desgaste, tales como ciertas aleaciones de aluminio, fundiciones grises, etc... No obstante, en la presente investigación se ha abordado un estudio rápido en el cual se ha pretendido poner de manifiesto las mejoras que la adición de fibras de carbono constituye en el comportamiento a desgaste de un aluminio para un componente sometido a fricción. También se ha evaluado de manera general la posible influencia que pudiera tener el tipo de fibra (alto módulo ó alta resistencia), ligante utilizado para la fabricación de la preforma ( $\text{SiO}_2$  o  $\text{NaSiO}_3$ ), revestimiento de la fibra (con cobre) y parámetros de fabricación utilizados (temperatura y presión ejercida).

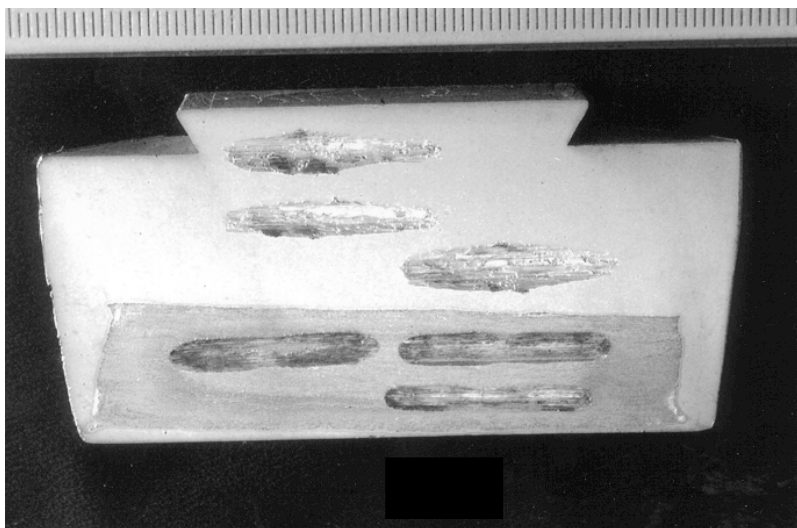
En la tabla 4.10 se muestran los materiales y muestras sobre los que se han realizado los ensayos de desgaste.

Referencia	Ligante de la preforma	Tipo de fibra	Tª Infiltración (K)
K0	$\text{NaSiO}_3$	HM	943
K1	$\text{NaSiO}_3$	HM	973
K2	$\text{NaSiO}_3$	HM	1003
K4	$\text{SiO}_2$	HM	973
K6	$\text{NaSiO}_3$	HR	943
K7	$\text{SiO}_2$	HR	943
K10	$\text{SiO}_2$	HM (Cu)	943
K11	$\text{NaSiO}_3$	HM (Cu)	973
Aluminio (K0)	-	-	943
Aluminio (K4)	-	-	973
Aluminio (K2)	-	-	1003

HM: Alto Módulo; HR: Alta resistencia

**Tabla 4.10.-** Referencia de las probetas sobre las que se han realizado ensayos de desgaste, con sus parámetros de fabricación.

Sobre todas las probetas se han realizado tres huellas de desgaste, con unos parámetros de ensayo constantes, los cuales se han descrito en el anterior capítulo 3. Los ensayos sobre aluminio se hicieron sobre la zona no reforzada de las mismas piezas de composite.



**Figura 4.80.-** Huellas de desgaste realizadas sobre una pieza, tanto en la zona de refuerzo como en la zona del aluminio sin reforzar.

La figura 4.80 muestra una fotografía tomada sobre una probeta en la que se han realizado ensayos de desgaste tanto en la zona de refuerzo como en la zona del aluminio sin reforzar. Se puede observar claramente la diferente manera de comportarse frente al desgaste, siendo la morfología de la huella completamente diferente para un composite que para un aluminio sin refuerzo. Incluso en esta fotografía, tomada a pocos aumentos, se puede observar que el aluminio ha sufrido un mayor desalojo de material durante el ensayo en comparación con la zona de refuerzo, como lo demuestra tanto la anchura y profundidad de la huella de desgaste como la mayor cantidad de material desalojado hacia los bordes de la huella de desgaste, incluso teniendo en cuenta que el composite de la fotografía (pieza de referencia K2) no ha sido el que mejor comportamiento a desgaste ha tenido de todas las probetas ensayadas.

La tabla 4.11 muestra los resultados obtenidos en los ensayos de desgaste realizados en todas las probetas, tanto en forma de pérdida de peso durante el ensayo (medido en balanza de precisión), como de volumen desplazado (medido con el perfilómetro óptico).

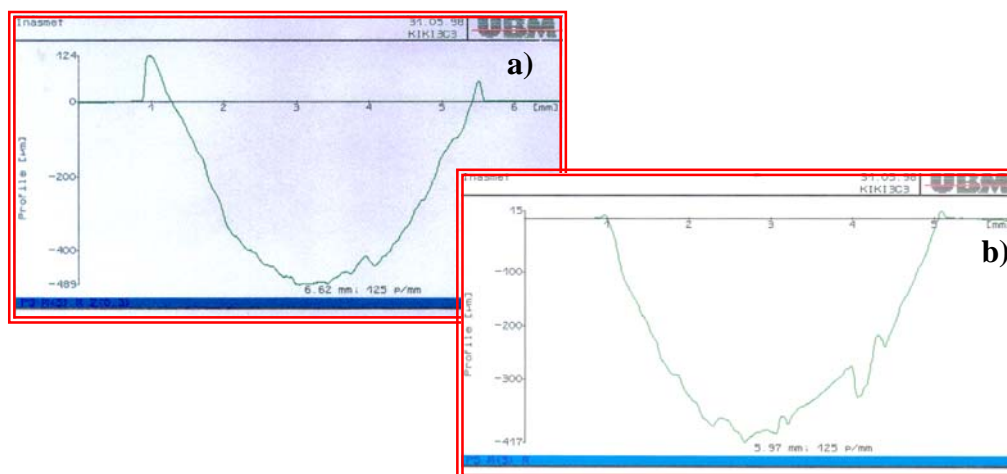
Referencia*	Perdida en peso (gr x 10 <sup>-3</sup> )	media	Volumen desplazado (mm <sup>3</sup> )	media
K0	40.5/28.8/18.1	29.1	17.5/12.2/7.4	12.4
K1	45.4/31.9/32.1	36.5	19.3/13.1/12.2	14.8
K2	52.1/37.8/43.3	44.4	22.0/15.9/18.5	18.8
K4	36.9/35.1/34.5	35.5	15.4/14.7/14.4	14.8
K6	192.0/32.2/56.6	93.6	85.2/14.9/23.9	41.3
K7	116.9/131.7/-	124.3	50.1/55.2/-	52.6
K10	35.0/44.5/8.0	29.2	13.4/16.9/3.1	11.1
K11	23.1/13.3/11.3	15.9	8.6/4.3/4.3	5.7
Aluminio (K0)	39.6/33.1/33.6	35.4	17.0/13.4/14.0	14.8
Aluminio (K4)	52.8/63.5/94.5	70.3	21.2/24.6/38.2	28.0
Aluminio (K2)	43.3/47.6/73.5	54.8	18.1/17.9/30.2	22.1

\* Condiciones de fabricación en Tabla 3.3, página 187

**Tabla 4.11.-** Resultados de los ensayos de desgaste llevados a cabo a temperatura ambiente. Se muestran los valores de pérdida de peso y de volumen desplazado medido con el profilómetro óptico.

Se puede observar que hay una importante dispersión en los resultados, debido tanto a varias fuentes de error en la medida y realización del ensayo como a la inhomogeneidad de los composites ensayados, especialmente aquellos fabricados con fibra de alta resistencia, cuya longitud es sensiblemente mayor a la de la fibra de alto módulo y, debido a ello, presenta una distribución de fibra sensiblemente más irregular, como se vio en anteriores apartados.

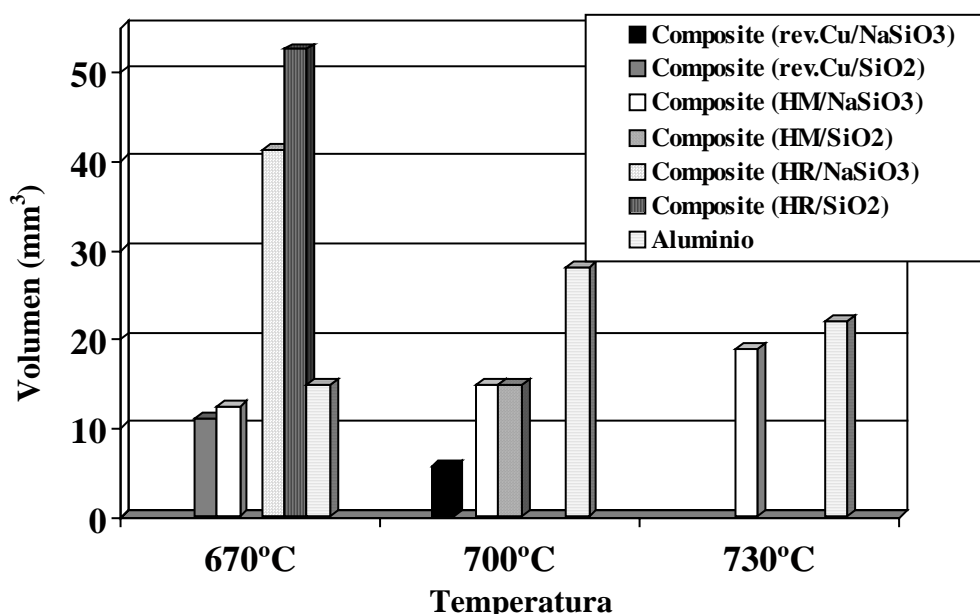
La principal fuente de error en la medida de pérdida de peso es la presencia de una importante cantidad de material que no es eliminada de la probeta, sino que se desplaza de manera plástica hacia los bordes de la huella. Este flujo plástico hacia los bordes es especialmente importante en el aluminio sin reforzar, aunque también se ha observado que ocurre con cierta extensión en los composites. La figura 4.81 muestra dos típicas



**Figura 4.81.-** Medidas de huellas de desgaste realizadas con un profilómetro, mostrando un mayor volumen desplazado hacia los bordes en un aluminio sin reforzar (a) que en un composite (b).

medidas tomadas en el profilómetro. En ellas se puede ver un perfil de la huella de desgaste con una importante cantidad de material desplazado hacia los bordes (fig. 4.81a) correspondiente a un aluminio, y otro perfil correspondiente a un composite, donde el desplazamiento de material es mucho menor (4.81b).

En general, para los composites fabricados con fibra de alto módulo la pérdida de peso durante el ensayo de desgaste es sensiblemente menor que para el aluminio sin reforzar en todas las temperaturas de conformado de la pieza, como se puede observar mejor en la figura 4.82. *Es de destacar que los composites fabricados con fibra revestida de cobre y con alto módulo presentan una excelente resistencia al desgaste, con una notable menor pérdida de peso que el aluminio sin reforzar conformado en las mismas condiciones y que los composites fabricados con fibra de alto módulo sin revestir.* Dicho excelente comportamiento puede achacarse a la formación de una mayor cantidad de compuestos intermetálicos (principalmente  $\text{Al}_2\text{Cu}$ ) de elevada dureza que actúan de manera combinada con el efecto lubricante del grafito, confiriendo a la superficie de desgaste elevada dureza a la vez que lubricación. En concreto, la muestra de referencia K11 ha alcanzado unos valores de resistencia a desgaste superiores a los alcanzados por material comercial Duralcan reforzado con partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ <sup>26</sup>, y similares a



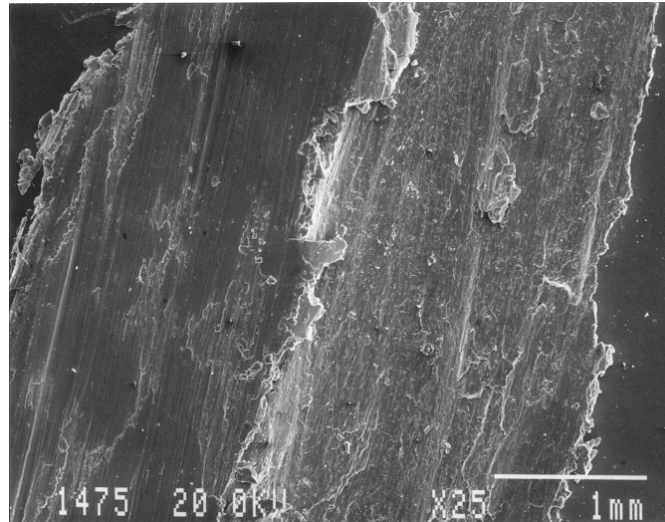
**Figura 4.82.-** Volumen de material desalojado en el ensayo de desgaste para diferentes materiales y temperaturas de conformado.

composites de aleación de aluminio AS12UNG reforzados con fibras cortas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ <sup>27</sup>, en condiciones iguales de carga, velocidad y distancia de desgaste, en estudios similares a la vez que complementarios al presente estudio.

*Sin embargo, el refuerzo con fibra de alta resistencia ha tenido un efecto muy negativo en la resistencia al desgaste del aluminio, pudiéndose observar, al finalizar el ensayo, una enorme huella de desgaste de una morfología completamente diferente a la obtenida en composites con fibra de alto módulo.* Esto principalmente se puede achacar al bajo estado de grafitización de las fibras de carbono de alta resistencia en comparación con la fibra de alto módulo, lo que hace que su poder lubricante no sea suficientemente efectivo. Como bien es sabido, el grafito, por su microestructura hexagonal en láminas, es un efectivo lubricante comúnmente utilizado tanto en materiales sometidos a desgaste tal como la fundición gris, como para la lubricación de utillajes y máquina herramienta a altas temperaturas. Si al bajo poder lubricante de este tipo de fibra de carbono, unimos una importante inhomogénea distribución del refuerzo (como anteriormente se ha comentado), se consigue que el efecto del refuerzo sea contrario al deseado en cuanto a su resistencia al desgaste.

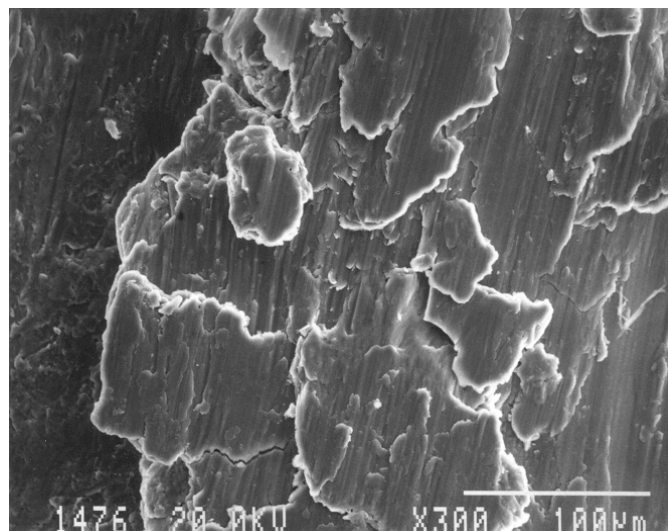
La temperatura de consolidación también tiene su efecto en las propiedades a desgaste del material ensayado. Así, existe una notable mejoría en el comportamiento al desgaste tanto en los composites fabricados con fibra de alto módulo como en el aluminio cuando se utiliza la menor temperatura de consolidación (943 K frente a 973 y 1003 K). Esto principalmente puede achacarse al mayor refinamiento en la microestructura del material, con unos menores tamaños de grano y dendrítico a medida que disminuye la temperatura de colada.

Sin embargo, no existe una clara influencia del ligante utilizado para fabricar la preforma en las propiedades a desgaste de los composites. Así, aunque en los composites fabricados con fibra revestida con cobre existe un claro mejor comportamiento cuando se utiliza silicato sódico, no existe la misma tendencia en los composites fabricados con fibra no revestida.



**Figura 4.83.-** Superficie de desgaste de un aluminio sin reforzar.

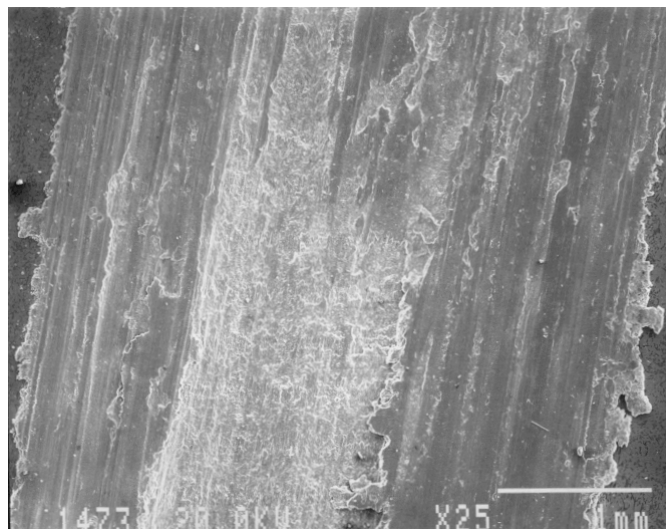
La morfología de las huellas de desgaste de aluminio y composite difieren notablemente. La figura 4.83 muestra la huella creada en un aluminio sin refuerzo. Se aprecia claramente la irregularidad del desgaste con un mecanismo claramente adhesivo, formándose surcos muy irregulares y con presencia de gran cantidad de zonas de arranque de virutas. Se aprecia un gran volumen de material desplazado hacia los bordes y presencia de virutas que, con posterioridad a su arranque, se quedan adheridas a la superficie de la huella de desgaste o en los bordes, como se puede observar en la figura 4.84.



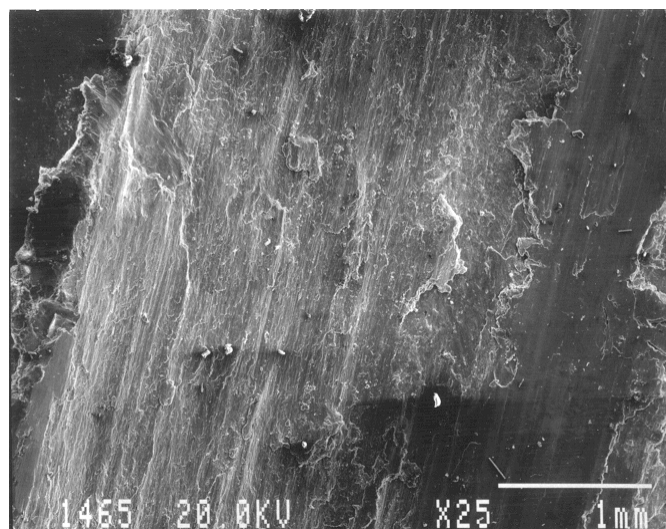
**Figura 4.84.-** Detalle de una formación de virutas que, con posterioridad a su arranque durante el ensayo de desgaste, quedan adheridas a la superficie.

En contraste, el composite presenta una superficie de desgaste mucho más regular, con presencia de surcos regulares y no excesiva presencia de arranques de viruta, como se puede observar en la figura 4.85. Esta morfología se repite constantemente en aquellas muestras fabricadas con fibra de alto módulo, donde la bola de acero utilizada para el ensayo se ha podido deslizar de una manera más regular debido a la lubricación conferida por el grafito.

Sin embargo, en el caso de las muestras fabricadas con fibra de alta resistencia se aprecia una morfología de la superficie de desgaste mucho más parecida a la que se



**Figura 4.85.** Superficie de desgaste de un composite fabricado con fibra de alto módulo.



**Figura 4.86.-** Superficie de un composite fabricado con fibra de carbono de alta resistencia, en el que se observa una gran irregularidad e importante presencia de arranques de virutas.

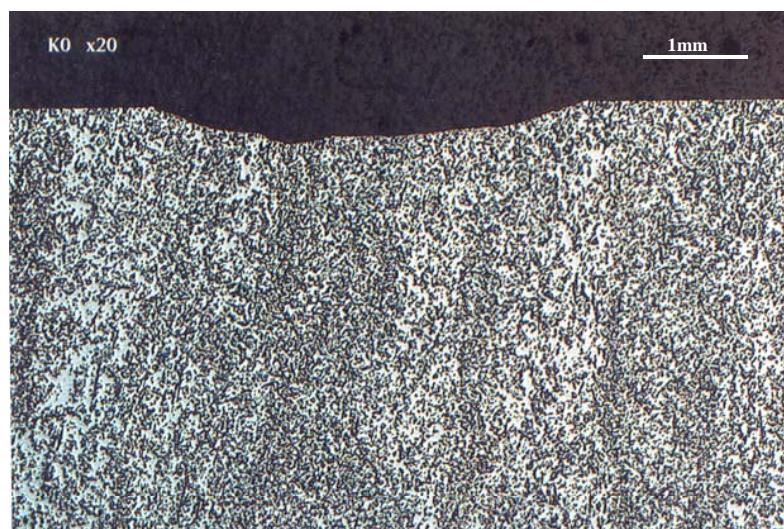


observa en aluminio sin reforzar, como se ve en la figura 4.86. En este caso, de nuevo se vuelve a observar una huella muy ancha y profunda con presencia de material desplazado hacia los bordes pero no desalojado. Asimismo, hay presencia de un buen número de arranques de viruta en la superficie, parte de los cuales queda de nuevo adherido y aplastado contra la superficie de desgaste.

Un ejemplo del diferente comportamiento a desgaste de los materiales ensayados, en concreto, entre aluminio y composite reforzado con fibra de alto módulo se puede apreciar en las figuras 4.87 y 4.88. Dichas figuras corresponden al corte transversal de



**Figura 4.87.-** Sección transversal de una huella de desgaste realizada sobre la probeta de referencia K0, correspondiente a la zona de aluminio sin reforzar.



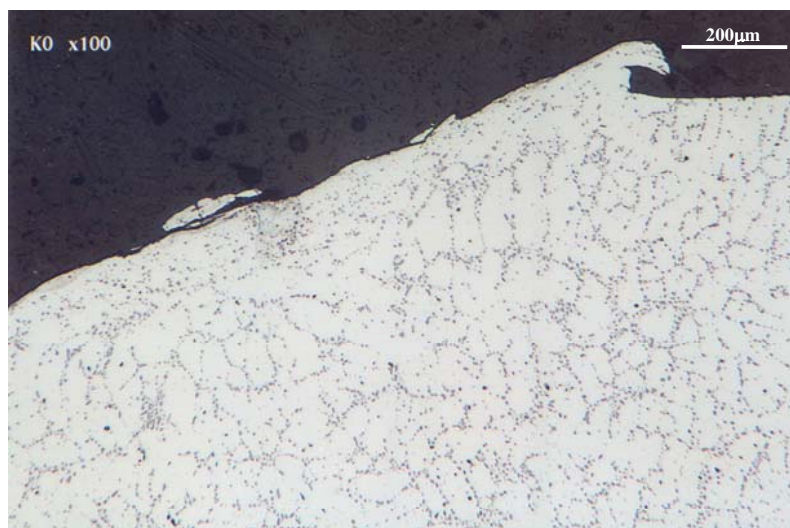
**Figura 4.88.-** Sección transversal de una huella de desgaste realizada sobre la probeta de referencia K0, correspondiente a la zona de composite.



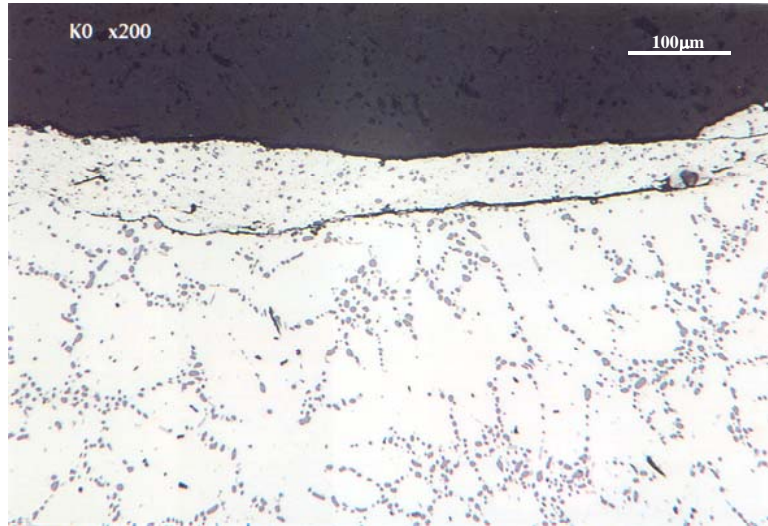
dos huellas de desgaste realizadas en la misma probeta (K0), siendo la primera correspondiente al aluminio y la segunda a la zona del composite.

En una primera comparación podemos comprobar un notable mayor desplazamiento plástico de metal hacia los bordes de la huella de desgaste en el aluminio sin refuerzo, siendo dicho desplazamiento casi inapreciable en el composite. La anchura y profundidad de la huella en el composite es netamente mayor también en el aluminio sin refuerzo, comprobándose también la existencia de virutas de metal que han quedado unidas a la superficie de desgaste con posterioridad a su arranque.

En las figuras 4.89 y 4.90 podemos observar dos detalles tomados a diferentes aumentos de la huella de desgaste del aluminio. Se puede comprobar que durante el proceso de desgaste se produce una intensa cizalla en las capas subsuperficiales de la huella de desgaste, dando lugar a la rotura de un gran número de compuestos intermetálicos y el silicio eutéctico, redondeado durante el tratamiento térmico. La anchura de esta capa, donde se puede observar la presencia de dichas fases rotas, varía en las diferentes partes de la huella de desgaste, oscilando de manera general alrededor de 30-50  $\mu\text{m}$ . En la primera de dichas figuras se puede observar perfectamente el flujo plástico de la matriz hacia los exteriores del surco de desgaste debido a la intensa fricción que ha tenido

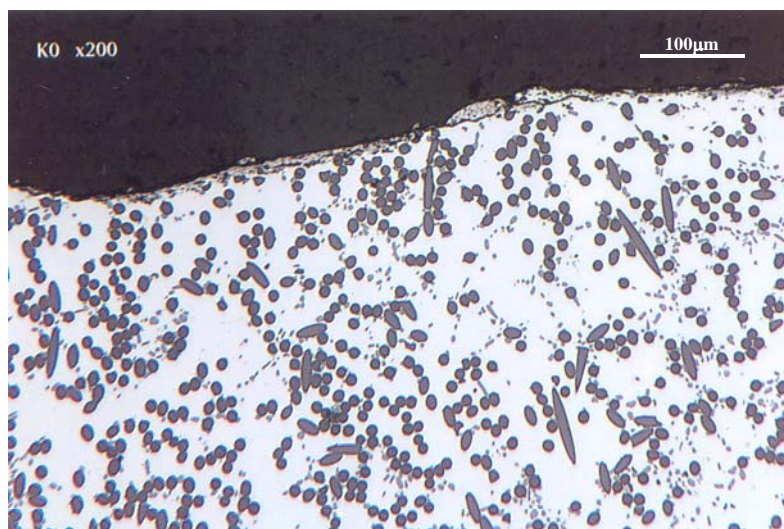


**Figura 4.89.-** *Detalle de la huella de desgaste en un aluminio sin reforzar, mostrando la presencia de un fuerte flujo plástico hacia la zona exterior del surco de desgaste y presencia de virutas adheridas a la superficie.*



**Figura 4.90.-** Presencia de grietas de delaminación formadas por el intenso estado de cizallamiento provocado por el rozamiento de dos superficies durante el ensayo de desgaste.

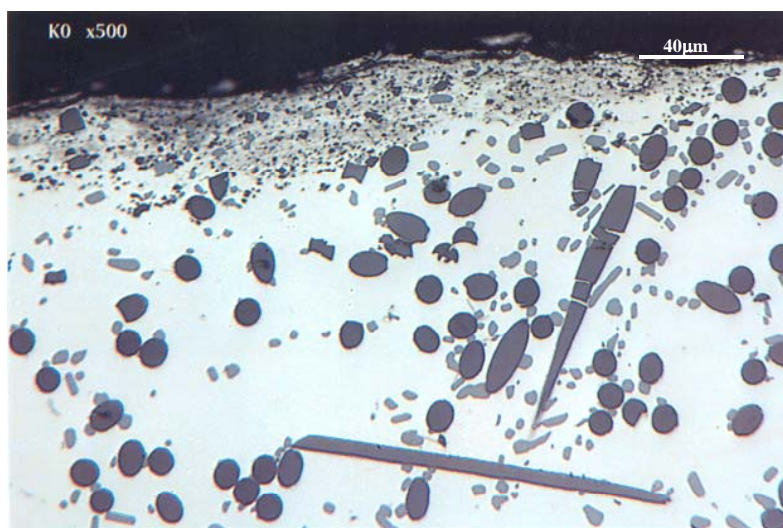
lugar, lo que ha provocado un aumento de la temperatura en el metal y su flujo hacia los laterales, debido a la carga ejercida por la bola de acero. La siguiente figura muestra el fruto del intenso estado de cizallamiento en la zona subsuperficial del surco de desgaste, con la aparición de grietas por delaminación. Dichas grietas, a lo largo del ensayo, van creciendo hasta que coalescen y forman una viruta que es arrancada del resto de la probeta. La realización de un ensayo de mayor duración hubiera dado lugar a la aparición de una mayor capa en la cual hubiera aparecido una capa más gruesa de compuestos intermetálicos completamente fracturados (incluso pulverizados).



**Figura 4.91.-** Zona subsuperficial de la huella de desgaste en un composite de aluminio reforzado con fibras de carbono de alto módulo.

La figura 4.91 muestra un detalle de la huella de desgaste del composite en la muestra de referencia K0. En este caso, a diferencia de lo que ocurre con el aluminio apenas se observa flujo plástico del material hacia los bordes de la huella. Asimismo, el espesor de la capa en la que se pueden apreciar compuestos intermetálicos y, en este caso, fibras rotas o parcialmente pulverizadas, es mucho menor, oscilando ésta entre 5 y 20  $\mu\text{m}$ . En este caso, no existe una gran cantidad de fibras rotas en zonas lejanas a la superficie de desgaste, debido básicamente al poder lubricante del grafito. La mejor lubricación que confieren las fibras rotas a la zona de contacto entre la probeta y la bola de acero hace que el deslizamiento entre ambas sea mucho mejor, por lo que se genera mucho menor calor y se reducen los esfuerzos cíclicos de cizalla creados entre ambos materiales en contacto en la zona adyacente al desgaste. Ello redundando tanto en la baja deformación y flujo de material hacia los bordes del surco de desgaste como en la menor aparición de grietas en la zona subsuperficial de la huella de desgaste, apareciendo éstas solamente en las zonas más cercanas a la superficie.

Un detalle de la zona cercana a la superficie de desgaste lo podemos observar en la figura 4.92. En ella se muestra la rotura de las fibras en la zona inmediatamente inferior a la zona de desgaste, quedando estas prácticamente pulverizadas justo en la superficie. No aparecen grietas formadas por delaminación nada más que en la estricta superficie.



**Figura 4.92.-** Detalle de la zona subsuperficial de la huella de desgaste en la probeta de referencia K0, mostrando una fina capa de fibras e intermetálicos del aluminio rotos y algunas fibras rotas en la zona adyacente.

Sin embargo, los esfuerzos de cizalla han provocado la rotura de alguna fibra en una zona ligeramente inferior a la de pulverización de fibras, aunque no de una manera generalizada. Las observaciones realizadas en este tipo de composites se asemejan a las observaciones realizadas por García<sup>27</sup> en composites de aleación de aluminio AS12UNG reforzados con fibra de alúmina. En dicho trabajo, en el que se realiza una profunda y exhaustiva caracterización de dichos composites, se observa la formación de una zona de rotura de fibras adyacente a la superficie de desgaste, de la misma manera que en el composite que se ha fabricado y caracterizado en el presente trabajo. Sin embargo, en composites reforzados con fibra corta de carbono no se observa la extensiva formación de grietas que finalmente delaminan a distancias que oscilan entre 10-15  $\mu\text{m}$ , observado en dicho estudio debido al mayor poder lubricante de las fibras de carbono de alto módulo, lo que rebaja notablemente el estado de cizallamiento en la zona subsuperficial, creándose dichas grietas a unas distancias notablemente inferiores. Esta capa de lubricación de grafito de color oscuro puede verse claramente en las huellas de desgaste de composites reforzados con fibras de alto módulo, mientras que no existe en los composites reforzados con fibras de alta resistencia. Su espesor es mínimo, no pudiendo ser detectadas en los cortes transversales. No obstante, otros autores las han caracterizado y medido su espesor en composites de aluminio reforzados con partículas de grafito, siendo de aproximadamente 5-10 nm<sup>28</sup> para un contenido del 10%v, y 10-15 nm<sup>29</sup> para un contenido del 50%v.

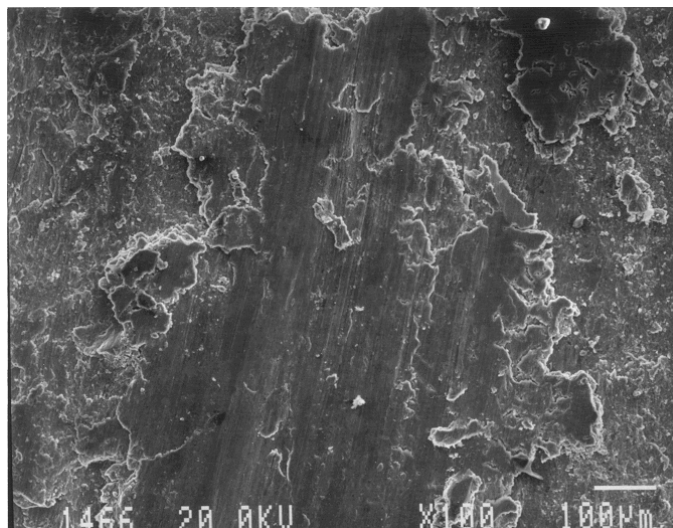
La figura 4.93 ha sido tomada en la probeta de referencia K6, correspondiente a un composite fabricado con fibra de alta resistencia, es decir, las probetas que peor comportamiento han tenido a desgaste. Como es bien visible en esta micrografía tomada a pocos aumentos, la irregularidad en la distribución de la fibra en el composite ha provocado la realización del ensayo en zonas de poca o absoluta ausencia de refuerzo.

La anchura de la huella de desgaste es exageradamente grande, con una superficie de desgaste completamente irregular, en la que se puede observar lo que corresponde a una gran cantidad de virutas arrancadas durante el ensayo. La figura 4.94 tomada en el microscopio electrónico de barrido muestra dicha presencia de virutas de gran tamaño adheridas a la superficie.



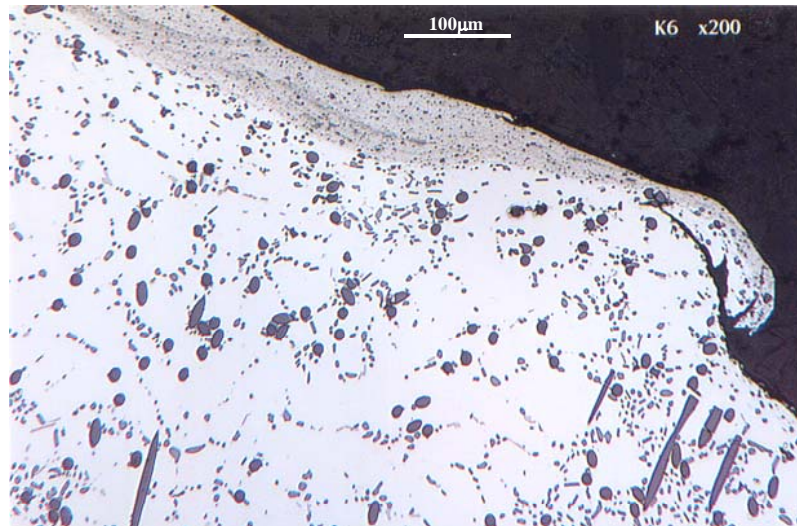


**Figura 4.93.-** Zona subsuperficial de la huella de desgaste de la probeta de referencia K6, con fibra de carbono de alta resistencia.

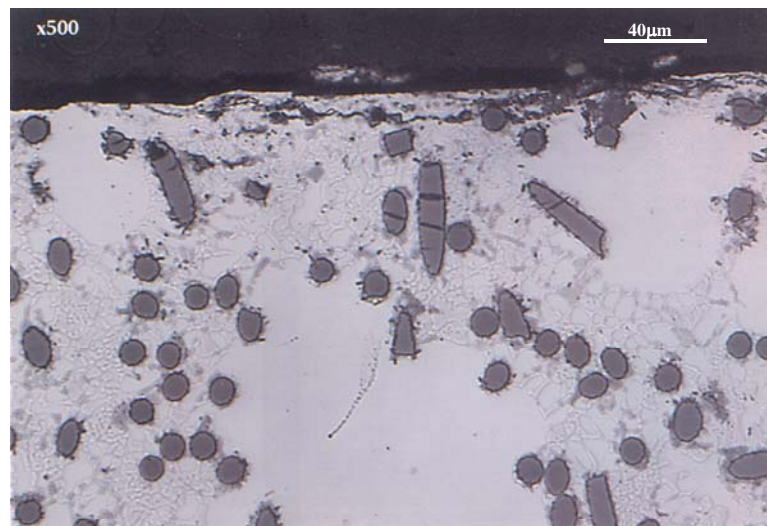


**Figura 4.94.-** Grandes virutas producidas por desgaste adhesivo sobre la superficie de un composite de aluminio reforzado con fibra corta de carbono de alta resistencia.

La siguiente figura 4.95 muestra un detalle del borde del surco en el que se puede ver que el material ha fluido como si se tratara de aluminio sin reforzar. De hecho, debido a la poca homogeneidad en la presencia del refuerzo, esta huella de desgaste se realizó principalmente sobre aluminio sin refuerzo, por lo que su comportamiento, en cuanto a fluencia del material hacia los bordes de la huella, es exactamente el mismo que un aluminio. Un detalle de dicha zona subsuperficial presentado en la figura 4.96 muestra la presencia de grietas en la superficie creadas por el esfuerzo de cizalla durante el

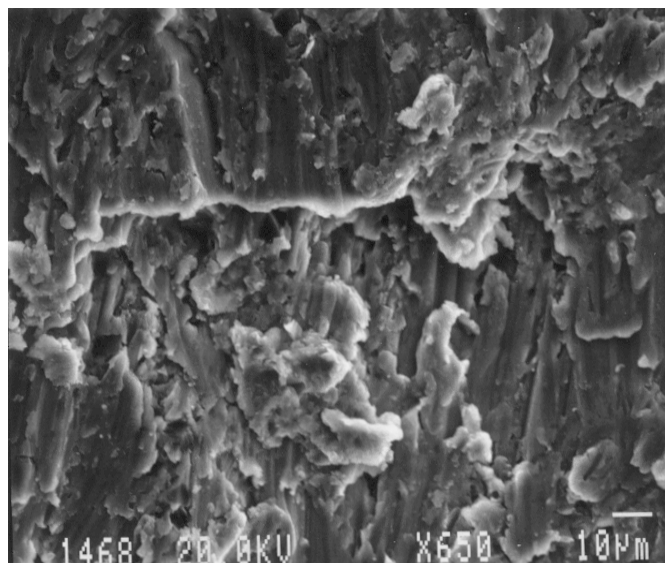


**Figura 4.95.-** Detalle del borde de la huella de desgaste donde se observa que el ensayo se ha realizado en una zona de no presencia de fibras, con el material (principalmente aluminio) fluyendo hacia el exterior de la huella.

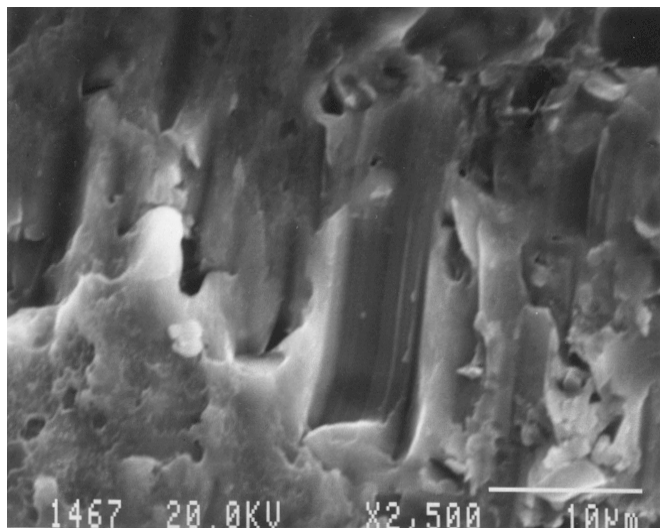


**Figura 4.96.-** Zona subsuperficial de una huella de desgaste en un composite reforzado con fibra de alta resistencia, mostrando formación de grietas y rotura de fibras en la zona adyacente.

ensayo, dando lugar a la fractura de una buena cantidad de fibras en la zona adyacente a dicho lugar. Se ha observado como la grieta progresa rápidamente principalmente a través de la intercara de las fibras, dando lugar a la rápida formación de arranques de virutas que se separan del resto de la probeta. Un detalle de uno de dichos arranques, donde quedan aflorando varias fibras de carbono, se puede observar en la figura 4.97, mientras que la figura 4.98 muestra una fibra que ha sido completamente fracturada y arrancada del resto de la fibra. Este mecanismo de desgaste por delaminación es muy



**Figura 4.97.-** Detalle de un arranque producido en la superficie de desgaste de un composite de aluminio reforzado con fibras de carbono de alta resistencia.

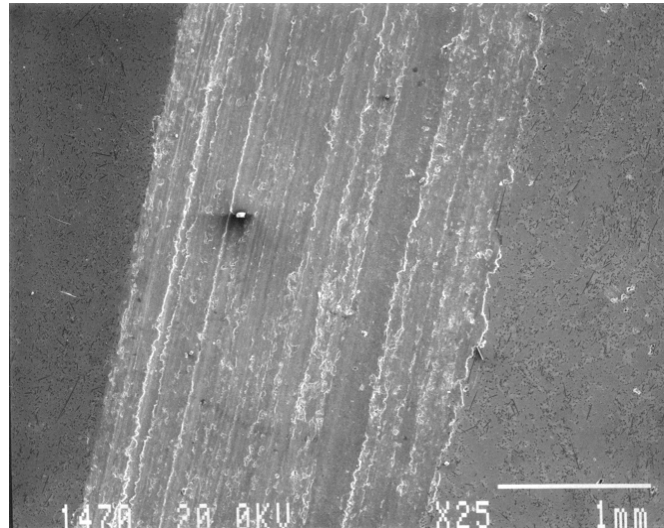


**Figura 4.98.-** Presencia de un arranque de fibra en la superficie de desgaste. Parte de la fibra ha desaparecido, dejando su hueco, mientras que el resto de la fibra permanece dentro del aluminio.

similar al encontrado en el aluminio sin reforzar, pero difiere de los composites reforzados con fibra de alto módulo.

La figura 4.99 muestra la morfología de la huella realizada sobre el composite de referencia K11, fabricado con fibra de alto módulo revestida con cobre. Si comparamos esta huella con las obtenidas en el resto de los composites y aluminio ensayados, se pueden apreciar grandes diferencias, no solo en tamaño sino también en homogeneidad en el desgaste y poca presencia de flujo de material hacia los bordes de la huella. Las





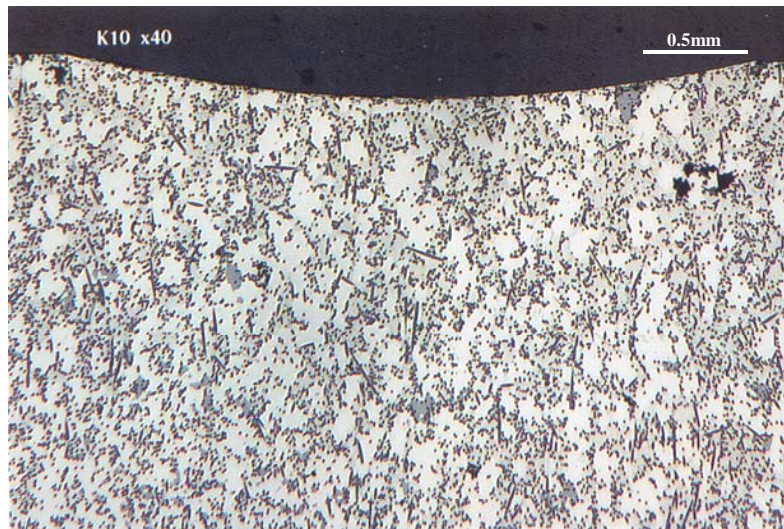
**Figura 4.99.-** *Aspecto general de una huella de desgaste realizada en la probeta de referencia K11, correspondiente a un composite reforzado con fibra de carbono de alto módulo revestida con cobre.*

figuras 4.100 y 4.101 muestran los cortes transversales de esta huella y de la huella obtenida en la probeta de referencia K10, fabricada también con fibra del mismo tipo revestida con cobre. En ambas se puede observar un notable menor volumen de material desalojado en comparación con las probetas anteriormente mostradas, con un perfil regular y sin presencia de virutas adheridas a la superficie o zonas de irregular desgaste, a lo cual ha ayudado también la homogeneidad en la distribución del refuerzo en la pieza.



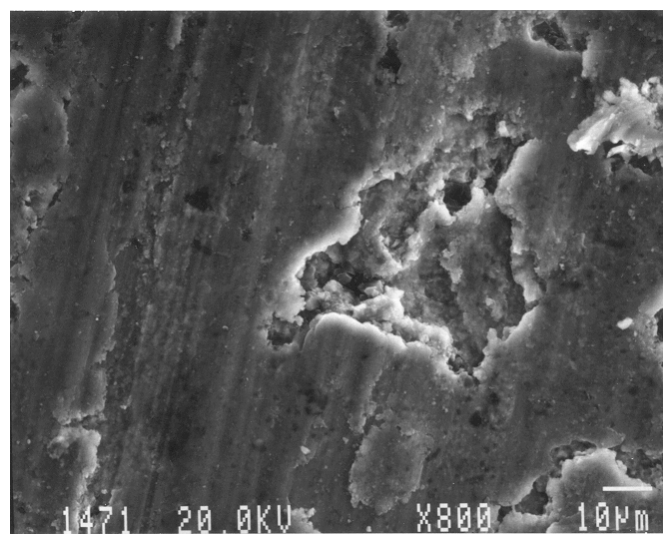
**Figura 4.100.-** *Sección transversal de una huella de desgaste realizada sobre la probeta de referencia K10, correspondiente a la zona de composite reforzado con fibra de alto módulo revestida de cobre.*



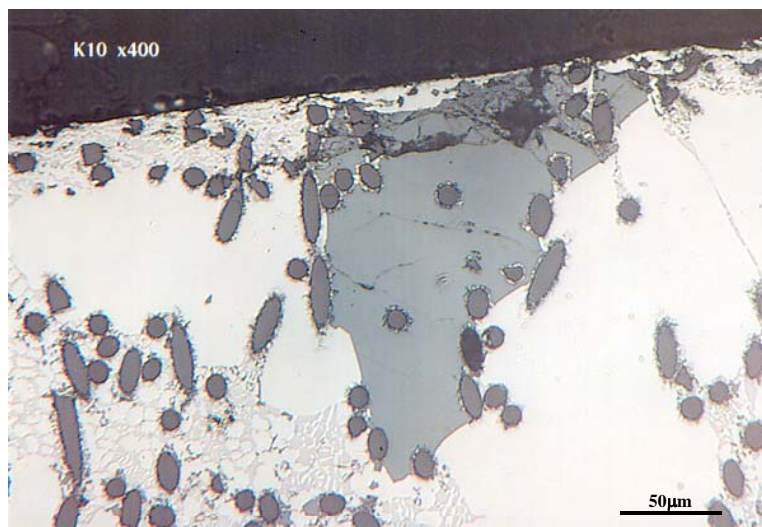


**Figura 4.101.-** Sección transversal de una huella de desgaste realizada sobre la probeta de referencia K10, correspondiente a la zona de composite reforzado con fibra de alto módulo revestida de cobre.

En el estudio de la huella no se observó la presencia de fibras que afloraran a la superficie o arranques de las mismas, aunque sí se detectaron esporádicamente ciertos pequeños arranques de material en la superficie, como el mostrado en la figura 4.102, con evidencia de presencia de compuestos intermetálicos. La no presencia de fibras arrancadas en la superficie puede atribuirse a que en este tipo de composites la fibra se va machacando antes de aflorar a la superficie, momento en el cual sirve como lubricante al paso del elemento de fricción, permitiendo que el desgaste sea más



**Figura 4.102.-** Presencia de un pequeño arranque de material en la superficie de desgaste de la probeta de referencia K11.



**Figura 4.103.-** *Detalle de un precipitado de silicio primario con importantes fracturas adyacente a la superficie de desgaste en la probeta de referencia K10.*

continuo y sin arranque de grandes virutas.

Por último, la figura 4.103 muestra la presencia de un gran precipitado de silicio primario formado en la muestra de referencia K10, el cual ha contribuido de manera importante a la mejora a la resistencia al desgaste, por tener una elevada dureza. En dicha figura se puede ver una zona superior formada por fibras machacadas y el enorme precipitado de silicio fracturado parcialmente en su parte superior, así como una gran cantidad de compuestos intermetálicos formado en la zona que rodea a la fibra (como ya se comentó anteriormente en el estudio metalográfico de estos composites). Gracias al poder lubricante del grafito y la dureza de los compuestos intermetálicos y precipitados de silicio, el estado de tensión de cizalla no ha sido muy intenso en zonas alejadas de la superficie de desgaste, por lo que las fibras no presentan deterioro o fractura apreciable.

Como conclusión a este apartado de caracterización a desgaste de varios de los materiales desarrollados en la presente tesis, se ha de decir que el mecanismo de desgaste de todos ellos es adhesivo, aunque con importantes diferencias que les hace comportarse de manera de manera muy dispar. En general, en todos los materiales ensayados el desgaste se lleva a cabo, en sus primeros estadios, mediante la rotura de compuestos intermetálicos, fases de silicio eutéctico y fibras de carbono (en los composites), creando unas capas que, en el caso de los composites fabricados con fibra

de alto módulo con revestimiento de cobre, debido a la gran cantidad de compuestos intermetálicos, son de elevada dureza, mientras que en el resto de composites y aluminio son notablemente más blandas, lo que influye decisivamente en la resistencia al desgaste. Posteriormente, se van creando estados de tensión por cizalla en la zona subsuperficial que derivan en la formación de grietas que posteriormente coalescen y forman una viruta o arranque. En el caso del aluminio dicho estado de tensión es muy elevado, formándose una gran cantidad de grietas que rápidamente crecen y forman un arranque, siendo aún más grave en el caso de los composites con fibra de alta resistencia. En estos composites la fibra rota al aflorar a la superficie no se comporta como un elemento lubricante, siendo arrancada rápidamente por la bola de acero, lo que incrementa la velocidad de desgaste y, por tanto, no formándose capas duras subsuperficiales que pudieran incrementar su resistencia. Todo ello, unido a una deficiente distribución de la fibra, ha influido decisivamente en la formación de huellas de desgaste irregulares, con gran formación de arranques que han dado un carácter negativo en el comportamiento a desgaste a la adición de este tipo de fibras al aluminio.

Por el contrario, en el caso de las fibras de alto módulo, su mayor carácter lubricante hace que durante el ensayo se cree una capa de grafito que se dispersa por toda la superficie, rebajando el estado de tensión subsuperficial, lo que da lugar a una menor formación de grietas, a la vez que a una capa de fibras rotas o pulverizadas, las cuales a medida que afloran a la superficie de desgaste la van lubricando. A medida que la capa de lubricante se va agotando, nuevos trozos de fibra salen a la superficie, creando de nuevo una capa de lubricación y así sucesivamente, razón por la cual este tipo de materiales se denominan autolubricantes. El mecanismo de desgaste aquí propuesto para este tipo de composites es muy similar al propuesto por otros autores en composites de aluminio reforzado con partículas de grafito, lo que da lugar a un material con menor coeficiente de fricción (alrededor de 0.17-0.2) y mejor comportamiento al desgaste<sup>28-31</sup>.

Si a toda esta mejora en la lubricación de la superficie de los dos materiales en contacto añadimos la presencia de un gran número de compuestos intermetálicos y partículas de silicio primario de elevada dureza, en el caso de los composites fabricados con fibra revestida de cobre, la mejora de la resistencia al desgaste es notablemente superior.

Todo ello, hace pensar que una adecuada combinación de dos o más refuerzos, que provean dureza y lubricación, tales como grafito y alúmina ó carburo de silicio, podría ser muy interesante para varias aplicaciones en automoción, tales como sistema de freno, camisas de cilindro, discos de embrague, etc..., ya que a su mayor resistencia al desgaste uniríamos una autolubricación que impediría el desgaste excesivo del material que fricciona con ellos, tales como pastillas de freno, pistones, etc...

#### **4.3.4.- Conclusiones sobre los Resultados Obtenidos**

De los resultados obtenidos en la fabricación de composites por infiltración de preformas cerámicas porosas mediante la aplicación de presión sobre aluminio fundido se pueden resaltar las siguientes conclusiones principales:

- Se ha conseguido obtener piezas de composite de buena calidad metalúrgica utilizando una adecuada combinación de parámetros de fabricación. Los rangos utilizados en la presente investigación han sido suficientes para conseguir una completa infiltración de las preformas fabricadas, siendo necesaria una presión de infiltración mayor a 65 MPa (50 Tn de carga) cuando la temperatura de colada de la aleación es igual o menor a 943 K. El resto de las combinaciones de temperatura de colada (943, 973 y 1003 K) y carga aplicada (50, 90 y 130 Tn) ha dado lugar a composites con buena calidad metalúrgica y ausencia de porosidad (completa infiltración de la preforma).
- Es necesario precalentar la preforma antes de ser infiltrada a una temperatura igual o mayor a la temperatura del metal líquido. Dicho precalentamiento ha conducido a una oxidación prematura del revestimiento de cobre en aquellas piezas en las que se ha utilizado fibra con recubrimiento de cobre, dando lugar a una importante reducción en las propiedades mecánicas del material fabricado.
- Se ha comprobado que existe muy baja o nula reactividad fibra-matriz en todas las piezas fabricadas mediante esta tecnología, tanto con fibra de alto módulo como de alta resistencia.
- Se ha constatado que la fabricación de la preforma tiene una importancia primordial en las propiedades del material que se desarrolla, siendo incluso superior al resto de

los parámetros de fabricación (temperatura y presión). Así, es muy importante minimizar el uso de ligante al máximo y eliminar todo resto de exceso de ligante en el interior de la preforma durante su proceso de fabricación, lo que daría lugar a la formación de productos de reacción con el aluminio líquido y fases indeseables, como grandes precipitados de silicio primario por disolución del ligante en la matriz. Asimismo, se ha comprobado que menores temperaturas de infiltración (973 K) han conducido a una mejora en las propiedades mecánicas.

- La rápida infiltración y solidificación de los composites en esta tecnología de conformado ha dado como resultado la presencia de gran cantidad de compuestos intermetálicos de reacción entre el cobre y el aluminio en la intercara cuando se han infiltrado preformas fabricadas con fibra recubierta con cobre. Ello ha sido uno de los factores principales de las pobres propiedades mecánicas alcanzadas en dichos composites.
- Se ha constatado una mejora en las propiedades mecánicas de los composites cuando se utiliza sílice coloidal como ligante, en vez de silicato sódico.
- Una combinación de baja temperatura de colada (973 K), alta presión de infiltración (165 MPa o 130 Tn de carga) y sílice coloidal como ligante, han dado lugar a composites con las mejores propiedades mecánicas en ensayos de tracción a temperatura ambiente.
- Composites reforzados con fibra de carbono de alta resistencia obtenidos con similares parámetros de fabricación que los de alto módulo, han alcanzado unas propiedades mecánicas a tracción similares a los segundos.
- Los valores de carga a rotura de los composites fabricados en ensayos de tracción a temperatura ambiente son ligeramente inferiores (10-12 %) a los obtenidos para la aleación sin reforzar.
- Las propiedades mecánicas alcanzadas por las probetas de aluminio sin reforzar conformadas bajo alta presión (forja líquida) han sido notablemente superiores a las de muestras conformadas a través de procesos convencionales (colada por gravedad).
- La fractura de los composites tiene lugar a través de la rotura de fibras y compuestos intermetálicos, no progresando las grietas a través de las intercara, lo que confirma una buena unión fibra-matriz.

- La fractura del aluminio no reforzado progresa a través de los compuestos intermetálicos y eutéctico presente en las zonas interdendríticas.
- Ensayos a alta temperatura (473 K) ponen de manifiesto una importante mejora de propiedades en los composites en comparación con el aluminio no reforzado. La presencia del refuerzo ha permitido mantener el nivel de propiedades a dichas temperaturas, mientras que las propiedades del aluminio han decaído de manera sobresaliente.
- Composites fabricados con fibra de alto módulo presentan una mejora del comportamiento a desgaste en comparación con la aleación sin reforzar debido al poder lubricante del grafito. La formación de una fina capa de grafito en la superficie de desgaste, proveniente de las fibras que se van rompiendo y aflorando a la superficie a medida que la probeta se va consumiendo durante el ensayo, hace que el material en cuestión sufra un desgaste menos severo que la aleación no reforzada.
- El refuerzo de fibras de carbono de alta resistencia tiene un efecto claramente perjudicial para las propiedades a desgaste de la aleación de aluminio.
- Composites fabricados con fibra revestida de cobre muestran un excelente comportamiento a desgaste derivado de la elevada dureza proveniente de la formación extensiva de compuesto intermetálicos de reacción entre el aluminio y el cobre de elevada dureza.
- El potencial de aplicación de este tipo de composites está principalmente en componentes que trabajan a altas temperaturas con estrictos requerimientos de control dimensional y en componentes sometidos a fricción.
- Como consecuencia del último punto, la presente investigación tendrá una continuación en un estudio más detallado de la mejora de prestaciones a desgaste y fricción del presente material desarrollado, tratando de someter al material a condiciones de ensayo (carga, temperatura, velocidad, tiempo, material sobre el que se ensaya, etc...) similares a las condiciones de trabajo de componentes comerciales que potencialmente pueden ser fabricados por el material en estudio (especialmente en componentes de automoción, tales como discos de freno y embrague, etc...).

#### 4.4.- REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. W.R. Loue, S. Landkroon and W.H. Kool. *"Rheology of partially solidified AlSi7Mg0.3 and the influence of SiC additions"*. Materials Science and Engineering, A151 (1992). pp 252-262
2. C.J. Quaak and W.H. Kool. *"Properties of semi-solid aluminium matrix composites"*. Mat. Sci. and Eng. January 1994. Pp. 1-7.
3. F. A. Girod, L. Albingre, J. M. Quenisset and R. Naslain. *"Rheocasting Al matrix composites"*. JOM. Nov. 1987. pp. 18-21.
4. P.K. Ghosh, S. Ray and P.K. Rohatgi. Transactions of the Japan Institute of Metals, vol. 25, N°6, 1984, pp. 440-444.
5. J. Cruz Riaño. *"Fabricación de un material compuesto base zamak reforzado con residuos carbonosos de origen petroquímico mediante la técnica de reocolado"*. Tesis presentada en la Universidad Politécnica de Madrid. Mayo de 1997, Madrid.
6. Mehrabian, R. G. Riek and M. C. Flemings. *"Preparation and casting of metal-particulate non-metal composites"*. Metall. Transactions, 5. 1974. pp. 1899-1905.
7. M. Flemings. *"Behavior of metal alloys in the semisolid state"*. Metallurgical Transactions B. Vol. 22B, June 1991. pp. 269-293.
8. Mehrabian, R. G. Riek and M. C. Flemings. *"Preparation and casting of metal-particulate non-metal composites"*. Metall. Transactions, 5. 1974. pp. 1899-1905.
9. C. Flemings, R. G. Rieks and K. P. Young. *"Rheocasting"*. Materials Science and Engineering, 25, 1976. pp. 103-117.
10. Y.S. Yang and C.-Y.A. Tsao. *"Thixotropic behavior and structure evolution of A356 alloy in the semisolid state"*. Scripta Metallurgica et Materialia, Vol. 30, No.12, pp. 1541-1546, 1994.
11. C. Milliere and M. Suery. *"Fabrication and properties of metal matrix composites based on SiC fibre reinforced aluminium alloys"*. Materials Science and Technology. Jan. 1988. Vol. 4. pp. 41-51.
12. B. F. Quigley, G. J. Abbaschian, R. Wunderlin and R. Mehrabian. *"A method for fabrication of aluminium-alumina composites"*. Metallurgical Transactions A. 13A (Jan 1982). pp. 93-100.
13. Levi, G. S. Abbaschian and R. Mehrabian. *"Interface interaction during fabrication of Al alloy-alumina fibre composites"*. Metall. Transactions, 9A. 1978. pp. 697-711.
14. N. Wang, Z. Wan and G. Weatherly. *"Formation of magnesium aluminate (spinel) in cast SiC particulate-reinforced Al(A356) metal matrix composites"*. Metallurgical Transactions A. Vol. 23A (May 1992). pp. 1423-1430.
15. F.H. Samuel, H. Liu and A.M. Samuel. *"Effect of melt cleanliness on the properties of an Al-10Wt Pct Si-10 Vol.Pct SiC(p) composite"*. Metallurgical Transactions A. Vol. 24A (July 199e). pp. 1631-1645.
16. A.J. Papworth. *"Squeeze-Casting of fibre reinforced metal matrix composites"*. Thesis presented in the University of Liverpool. May 1997.

17. A.D.McLeod. Proceedings ASM Int. Conf. On Fabrication of Particulates Reinforced Metal Composites. Montreal, September 16-19, 1990. pp. 25-29.
18. Chen Xiu-Qin and Hu Geng-Xiang. "*A TEM investigation on the interfaces of carbon-fiber reinforced aluminum composites*". Interfaces in Polymer, Ceramic and Metal Matrix Composites. Ed. Elsevier. 1988. pp. 381-388.
19. W. D. Zhuang and G. D. Zhang. "*Designing the matrix of Gr/Al composites*". Proceed. of the ICCM VIII. Ed. by Tsai and Springer. Vol 2. 1989. Pp. 19H1-19H9.
20. H.-M. Cheng and B.-L. Zhou. "*Effect of silicon additions on characteristics of carbon fiber reinforced aluminium composites during thermal exposure*". J. Mater. Res., Vol. 11, No. May 1996. Pp. 1284-1292.
21. Y. Sawada and M. G. Bader. "*Studies of the interface between carbon fibres and aluminium alloys in melt-infiltrated squeeze-cast metal matrix composites*". Proceed. of the ICCM-5. San Diego, 29-30 July 1985. pp. 785-794.
22. G. D. Zhang, S. R. Feng, Q. Li, J. T. Blucher and J. A. Cornie. "*Control of interface reactions between P-55 fibers and aluminium alloy matrices during pressure infiltration processing*". Controlled Interphases in Composite Materials. Ed. H. Isida. 1990. pp. 343-357.
23. B. C. Pai, R. M. Pillai, V. S. Kelukutty, H. Srinivasa Rao, T. Soman, S. G. K. Pillai, K. Sukumaran, K. G. Satyanarayana K. K. Ravikumar, A. K. Gupta and R. Sikand. "*Semi-solid slurry process for making short carbon fibre dispersed aluminium alloy matrix composites*". Journal of Materials Science Letters 13 (1994). PP. 1278-1280.
24. B. C. Pai, S. G. K. Pillai, R. M. Pillai and K. G. Satyanarayana. "*Microstructural evaluation of cast aluminium alloy matrix composites*". In Solidification of Metal Matrix Composites. Ed. by P. Rohatgi. TMS. 1990. pp. 191-204.
25. J. Goñi, **J. Coletto**, J.K. Palacios, A. García, C. Foruria, I. Landa, J. Arriarán. "*Brake drums made of hypereutectic aluminium-silicon alloys*". Proc. of the 30<sup>th</sup> International Symposium on Automotive Technology and Automation (ISATA 97). Florence, Italy, 19<sup>th</sup> June 1997. pp. 299-305.
26. Y. Lepetitcorps, L. Albingre, **J. Coletto**, R. Fernández and J. Goñi. "*Fabrication and wear behaviour of an aluminium matrix composite reinforced with a high content of silicon carbide particles*". Proc. of the 12<sup>th</sup> International Conference on Composite Materials (ICCM 12). Paris, France, 5-9<sup>th</sup> June 1999. pp. 413.
27. A. García. "*Optimización y estudio de un composite aluminio-silicio reforzado con fibras cortas de alúmina*". Tesis doctoral presentada en la Universidad Politécnica de Cataluña. Barcelona, Julio de 1996.
28. P.K. Rohatgi, Y. Liu, M. Yin and T.L. Barr. "*A surface-analytical study of the tribodeformed aluminium alloy 319-20vol% graphite particle composite*". Materials Science and Engineering. A123 (1990) 213-218.
29. P.K. Rohatgi, Y. Liu and T.L. Barr. "*Tribological behavior and surface analysis of tribodeformed Al alloy-50 pct graphite particle composites*". Metallurgical Transactions A. Vol.22, June 1991.pp 1435-1441.



30. S. F. Moustafa. "*Casting of graphitic Al-Si base composites*". Canadian Metallurgical Quarterly. Vol. 33. No 3, pp. 259-264. 1994. pp. 259-264.
31. P. R. Gibson, A. J. Clegg and A. A. Das. "*Production and evaluation of squeeze-cast graphitic Al-Si alloys*". Materials Science and Technology. July 1985. pp. 559-567.
32. "*Aluminium and aluminium alloys*". ASM Specialty Handbook.. ASM International. 1993.

# ***CAPITULO 5***

## **Conclusiones Generales**

## 5.1.- CONCLUSIONES GENERALES

- 1) En la presente investigación se ha diseñado, fabricado y puesto a punto dos sistemas diferentes de fabricación de materiales compuestos de matriz aluminio según variantes de los procesos que técnicamente se conocen como mezcla en estado líquido ó semi-sólido (también designadas por sus diferentes variaciones “stir-casting”, “compocasting” y “rheocasting”) y forja líquida (más ampliamente conocida como “squeeze casting” o infiltración por presión de preformas).
- 2) Se ha optimizado la fabricación de materiales compuestos de matriz de aleación de aluminio AS7G06 (Al-7Si-0.6Mg) reforzados con 5%v de fibra corta de carbono a través de procesos por mezcla en estado líquido/semi-sólido, y reforzados con 20% del mismo tipo de refuerzo a través del proceso de forja líquida o infiltración por presión de preformas.
- 3) Se ha puesto a punto un método químico de recubrimiento con cobre de fibras de carbono con el fin de reducir la reactividad fibra/matriz (formación del frágil producto de reacción  $Al_4C_3$  en la intercara) y aumentar la mojabilidad entre ambos. Dicho recubrimiento ha mejorado la compatibilidad fibra/matriz y el comportamiento mecánico de composites fabricados por mezcla en estado líquido, mientras que no ha tenido un efecto favorable en aquellos fabricados mediante forja líquida.
- 4) El proceso de fabricación por mezcla en estado líquido/semi-sólido requiere un estricto control de los parámetros de proceso que permita obtener composites de la mejor calidad metalúrgica posible. No obstante, también juega un papel fundamental en la calidad del material obtenido el haber seguido una ruta de fabricación bajo atmósfera controlada (inerte).
- 5) La longitud de fibra inicial es un factor decisivo en la fabricación de composites mediante cualquiera de las variantes anteriormente mencionadas. Una excesiva longitud de fibra inicial (6 mm en la presente investigación) dificulta en gran

medida la fabricación de composites, dando lugar a materiales de muy bajas características (principalmente debido a la enorme cantidad de óxidos introducidos durante el proceso de fabricación). Se ha comprobado que una longitud de fibra de partida cercana a 0.5 mm, a la vez que permite una fabricación más sencilla, da lugar a composites de mejores características.

- 6) *Temperatura de metal, velocidad de agitación y tiempo de proceso (adición y mezcla)* son los tres parámetros más importantes a controlar en este proceso de fabricación. Se han obtenido los mejores resultados con unos valores de 913 K, 400 r.p.m. y 33 minutos respectivamente, para el sistema escogido y dispositivo utilizado en la presente investigación.
- 7) La microestructura de los composites fabricados en las condiciones más óptimas presenta una fina microestructura en la matriz, compuesta por dendritas de aluminio primario y silicio eutéctico redondeado después del tratamiento térmico T6, una homogénea distribución del refuerzo en todo el volumen de la pieza fabricada, con la única presencia de pequeños aglomerados, y una buena unión fibra-matriz, no habiendo extensiva reacción en la intercara, incluso en aquellos composites fabricados con fibra sin recubrir. En composites fabricados con fibra recubierta de cobre se ha constatado la presencia de una mayor concentración de cobre en la intercara, pero no se ha detectado la presencia extensiva de intermetálicos  $\text{Al}_2\text{Cu}$  en dicha zona. La capa de cobre se disuelve en la matriz durante el proceso de fabricación del composite, quedando dicho compuesto intermetálico homogéneamente distribuido en la matriz.
- 8) El recubrimiento de la fibra de carbono con cobre ha mejorado la incorporación del refuerzo a la matriz (mejora de mojabilidad), llevándose a cabo un proceso de fabricación, como consecuencia de ello, mucho más rápido y con un vórtice ó remolino más estable, lo que ha reducido en gran medida el atrapamiento de óxidos formados en la superficie del caldo. Ello ha dado lugar a una notable mejora de las propiedades a tracción en temperatura ambiente de los composites fabricados, tanto en comparación con los composites fabricados con fibra sin

recubrimiento como con el aluminio procesado en las mismas condiciones de agitación y conformado. Sin embargo, composites fabricados con fibra de carbono sin recubrimiento, alcanzan unos valores ligeramente inferiores a los de la aleación en ensayos de tracción a temperatura ambiente.

- 9) Se ha encontrado una importante mejora del comportamiento a tracción de los composites en comparación a la aleación sin reforzar a altas temperaturas (473 K). La aleación de aluminio sin reforzar baja su resistencia a rotura y límite elástico hasta alrededor de los 220 y 205 MPa respectivamente (30% y 24% de reducción respecto a las propiedades en temperatura ambiente), mientras que el composite alcanza 250 y 220 MPa respectivamente (solamente un 10 y 8% de reducción aproximadamente). Los composites, debido al refuerzo presente en su seno, tienden a retener sus propiedades mecánicas hasta temperaturas más altas de una manera más efectiva que la aleación no reforzada.
- 10) La rotura a tracción de los composites tiene lugar a través de las fibras de carbono e intermetálicos o fases presentes en la matriz, quedando las fibras de carbono completamente fracturadas en las zonas adyacentes a la superficie de fractura. Ello da idea de una buena calidad de la intercara fibra-matriz, no observándose el llamado fenómeno del “pull-out” o desunión fibra-matriz durante el ensayo. No obstante, en aquellos composites fabricados bajo condiciones no óptimas, se ha comprobado la formación de grietas en óxidos presentes en el seno del material y en irregulares acumulaciones de fibras, produciéndose un rápido avance de la misma hasta la rotura. Es por ello muy importante evitar la presencia de dichos defectos en el seno del material, lo que obliga a controlar el proceso de manera muy estricta.
- 11) Se han fabricado composites con alrededor de un 20%v de refuerzo, de aceptable calidad metalúrgica, a través de la técnica denominada forja líquida. En esta técnica, los parámetros de fabricación más importantes son la *temperatura del metal* y la *presión* ejercida sobre el metal, habiéndose obtenido los mejores resultados a 943 K y 165 MPa respectivamente, siendo estrictamente necesario el

precalentamiento de la preforma a temperaturas cercanas a la temperatura de colada de la aleación antes de ser infiltrada.

- 12) Se ha constatado la gran importancia que tiene la fabricación de la preforma en las propiedades del material producido, siendo ésta incluso mayor que los parámetros de infiltración utilizados. Así, es importante minimizar al máximo el uso de ligante que pueda dar lugar a la formación de productos de reacción durante la infiltración y posterior tratamiento térmico de la pieza. Asimismo, se ha constatado una mejora de las propiedades mecánicas de los composites fabricados cuando se utiliza  $\text{SiO}_2$  coloidal como ligante en lugar de  $\text{NaSiO}_3$ .
- 13) No se ha constatado la presencia de productos de reacción entre fibra y aluminio durante el proceso de fabricación y en el posterior tratamiento térmico, tanto con fibra de carbono de alto módulo como de alta resistencia.
- 14) La utilización de fibra con recubrimientos de cobre ha dado lugar a la obtención de composites con muy bajas propiedades mecánicas. La oxidación de la capa de cobre durante su infiltración, junto con la presencia de gran cantidad de cobre que permanece unido a la fibra, óxidos y otros compuestos de reacción con el aluminio, hacen que la formación de grietas en la intercara esté muy favorecida, dando lugar a la rotura prematura a bajas cargas.
- 15) El conformado de la aleación de aluminio (no reforzada) mediante forja líquida da lugar a un material de excelentes características mecánicas, entre las que podemos destacar su elevada resistencia y deformación a rotura superiores a la misma aleación conformada por técnicas convencionales. La aleación AS7G06 conformada por ésta técnica alcanza los 330 MPa de carga de rotura y una deformación superior al 6%, mientras que por colada convencional alcanza 300 MPa en carga a rotura y una deformación menor a 4% (depende del tipo de molde).

Ello viene derivado de su refinada microestructura y ausencia de porosidad, lo que a su vez hace que el tratamiento térmico tenga una mayor efectividad.

- 16) Los valores de carga a rotura en tracción a temperatura ambiente de composites fabricados a través de esta técnica son aproximadamente un 10-12% inferiores a los de la aleación sin reforzar. Sin embargo, sus propiedades apenas decaen a alta temperatura (473 K), por lo que sus valores de carga de rotura son alrededor de un 15% superiores a la aleación sin reforzar, con una deformación a rotura tan baja como el 2%.
- 17) La rotura de los composites fabricados a través de ésta técnica tiene lugar a través de los compuestos intermetálicos y de la rotura de fibras, quedando la intercara generalmente intacta.
- 18) Los composites fabricados con fibra de alto módulo presentan una notable mejor resistencia al desgaste que la aleación sin reforzar debido al efecto lubricante del grafito, llegando a ser el desgaste el 50% inferior que la aleación convencional. La formación de una capa fina de grafito en la superficie de desgaste proveniente de las fibras que se rompen y afloran a dicha superficie, hace que el contacto entre sustrato y agente abrasivo sea menos abrasivo. El comportamiento a desgaste de aquellos composites fabricados con fibra recubierta de cobre es excelente ya que combina el efecto lubricante del grafito y la formación de gran cantidad de compuestos intermetálicos duros.
- 19) Por el contrario, la adición de fibras de carbono de alta resistencia, con bajo grado de grafitización, ha sido perjudicial para el comportamiento a desgaste.
- 20) Aunque tanto aluminio como composites sufren un mecanismo de desgaste adhesivo, la formación de una capa de fibras rotas cercanas a la superficie de desgaste y la dispersión del agente lubricante en la superficie de fractura de composites con fibra de alto módulo, atenúa en gran medida el factor adhesivo, lo que resulta en una menor pérdida de material durante el ensayo.

- 21) Los composites producidos en la presente investigación merecen un posterior esfuerzo continuado de investigación y desarrollo que terminen de clarificar las posibilidades de estos materiales a nivel de producción. Ello exigirá la realización de una caracterización más amplia del material desarrollado (ensayos de fluencia, fatiga, tenacidad, etc...) y opcionalmente de la mejora de los recubrimientos, que al ser más efectivos den lugar a intercaras de aun mejores características.
- 22) En el caso de composites fabricados por mezcla en estado líquido, sería de interés estudiar el efecto de operaciones de conformado ulteriores (extrusión, forja, etc...) así como su posible producción en continuo. Mientras que en el caso del proceso de forja líquida, más interesante para la fabricación de piezas con elevadas concentraciones de refuerzo en partes localizadas de la pieza, la investigación debería enfocarse primordialmente al estudio de la influencia de diferentes ligantes en la fabricación de la preforma, así como en la producción de piezas complejas con refuerzo intensificado localmente para aplicaciones concretas en industrias como la de automoción.